



LAPORAN TUGAS AKHIR - TL141584

**PENGARUH WAKTU ULTRASONIKASI SINTESIS  
GRAPHENE DAN SUSUNAN KOMPOSIT LAMINAT  
GRAPHENE-TiO<sub>2</sub> TERHADAP UNJUK KERJA DYE  
SENSITIZED SOLAR CELL (DSSC)**

YUNIZAR NATANAEL PRAGISTIO  
NRP. 2711 100 102

DOSEN PEMBIMBING  
Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D.  
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

**JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*



LAPORAN TUGAS AKHIR - TL141584

**THE EFFECT OF ULTRASONICATION TIME IN  
GRAPHENE SYNTHESIS AND LAMINATE COMPOSITE  
ARRANGEMENT GRAPHENE-TiO<sub>2</sub> ON THE  
PERFORMANCE OF DYE SENSITIZED SOLAR CELL  
(DSSC)**

YUNIZAR NATANAEL PRAGISTIO  
NRP. 2711 100 102

DOSEN PEMBIMBING  
Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D.  
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

**JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

**PENGARUH WAKTU ULTRASONIKASI SINTESIS  
GRAPHENE DAN SUSUNAN LAMINAT GRAPHENE –  
TiO<sub>2</sub> TERHADAP UNJUK KERJA DYE SENSITIZED  
SOLAR CELL (DSSC)**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik  
Pada  
Bidang Studi Material Inovatif  
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

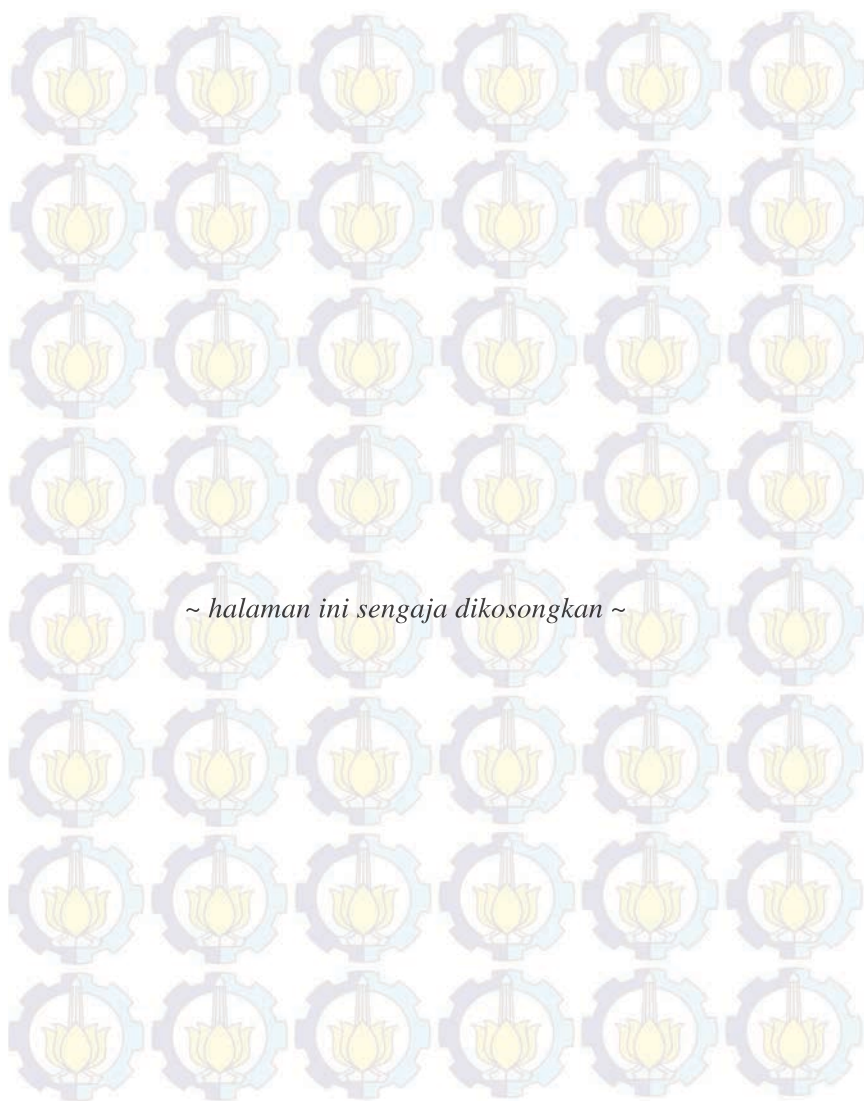
**Yunizar Natanael Pragistio  
NRP. 2711 100 102**

**Disetujui Oleh:**

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D..... (Pembimbing I)

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si..... (Pembimbing II)





**PENGARUH WAKTU ULTRASONIKASI SINTESIS  
GRAPHENE DAN SUSUNAN LAMINAT GRAPHENE –  
TiO<sub>2</sub> TERHADAP UNJUK KERJA DYE-SENSITIZED  
SOLAR CELL (DSSC)**

**Nama** : Yunizar Natanael Pragistio  
**NRP** : 2711 100 102  
**Jurusan** : Teknik Material dan Metalurgi  
**Pembimbing** : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.  
**Co-Pembimbing** : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

**Abstrak**

*Penelitian sel surya mengalami peningkatan yang signifikan, khususnya penelitian mengenai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) dikarenakan fabrikasinya yang mudah dan murah dibandingkan dengan sel surya konvensional. Penelitian ini menggunakan material semikonduktor nanokristalin TiO<sub>2</sub> (T) yang dikompositkan dengan graphene (G) secara laminat yang bervariasi sebagai fotoanoda DSSC. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh waktu ultrasonikasi pada sintesis graphene dan susunan laminat graphene TiO<sub>2</sub> terhadap unjuk kerja DSSC menggunakan dye ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) sebagai photosensitizer. Graphene disintesis menggunakan metode modifikasi Hummer dengan variasi waktu ultrasonikasi yang berbeda. Unjuk kerja DSSC diukur dengan solar simulator dengan input daya sebesar 200 W/m<sup>2</sup>. Dari hasil penelitian didapatkan variasi susunan laminat T/G/T menggunakan graphene dengan waktu ultrasonikasi 90 menit pada saat sintesisnya memberikan efisiensi terbaik sebesar 0.014%. Diketahui juga bahwa susunan T/G/T lebih baik daripada T/G dan terdapat trend penurunan efisiensi DSSC seiring dengan lama waktu ultrasonikasi sintesis graphene.*

**Kata kunci :** *dye sensitized solar cell, graphene, TiO<sub>2</sub>, waktu ultrasonikasi, komposit laminat, semikonduktor, unjuk kerja*

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*



# **THE EFFECT OF ULTRASONICATION TIME IN GRAPHENE SYNTHESIS AND LAMINATE COMPOSITE ARRANGEMENT GRAPHENE-TiO<sub>2</sub> ON THE PERFORMANCE OF DYE SENSITIZED SOLAR CELL (DSSC)**

**Name** : Yunizar Natanael Pragistio  
**Student Number** : 2711 100 102  
**Department** : Materials and Metallurgical Eng.  
**Advisor** : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.  
**Co-Advisor** : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

## **Abstract**

*The research of solar cell these days has increased significantly, particularly in the research of Dye Sensitized Solar Cell. It is because of its convenient and low cost fabrication. In this research, DSSC photoanodes was made from semiconductor materials graphene-TiO<sub>2</sub> which has been composited in laminate with different arrangements. The research aims to analyze the effect of ultrasonication time and laminate composite arrangement on the performance of DSSC using black rice (*Oryza sativa glutinosa*) as photosensitizer. Graphene was synthesized using modified Hummer's method with different ultrasonication time. The performance was measured by solar simulator with 200 W/m<sup>2</sup> power input. The sample with T/G/T composite laminate arrangement and 90 minutes ultrasonication showed the highest efficiency (0.014%). It is found that T/G/T arrangement showed a better performance than T/G and there is a decreasing trend of the efficiency as the ultrasonication time goes by in graphene synthesis.*

**Keywords** : dye sensitized solar cell, graphene, TiO<sub>2</sub>, ultrasonication time, laminate composite, semiconductor, performance

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## KATA PENGANTAR

Puji Tuhan atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan judul: **“Pengaruh Waktu Ultrasonikasi Sintesis *Graphene* dan Susunan Komposit Laminat *Graphene-TiO<sub>2</sub>* terhadap Unjuk Kerja *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC)”** untuk memenuhi syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik (S.T.) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, ITS, Surabaya.

Penulis menyadari bahwa dengan bantuan banyak pihak, tugas akhir ini dapat terlaksana dengan baik. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu, Bapak dan keluarga atas segala doa, dukungan dan pengertian yang telah diberikan selama ini.
2. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. selaku dosen pembimbing tugas akhir,
3. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. selaku dosen co-pembimbing tugas akhir dan dosen wali penulis.
4. Bapak Sungging Pintowantoro, S.T., M.T., Ph.D. selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS.
5. Tim penguji seminar dan sidang tugas akhir
6. Teman-teman angkatan 2011 dan anggota Lab. Kimia Material
7. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.

Penyusun menyadari bahwa penyusunan laporan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Untuk itu saran dan kritik yang membangun kepada penulis diharapkan. Selanjutnya semoga tulisan ini dapat selalu bermanfaat.

Surabaya, Juli 2015

Penulis

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL.....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xxi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1. Latar Belakang.....</b>	<b>3</b>
<b>1.2. Perumusan Masalah .....</b>	<b>3</b>
<b>1.3. Batasan Masalah .....</b>	<b>3</b>
<b>1.4. Tujuan Penelitian .....</b>	<b>3</b>
<b>1.5. Manfaat Penelitian .....</b>	<b>4</b>
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
<b>2.1. Energi Surya .....</b>	<b>5</b>
<b>2.2. Sel Surya .....</b>	<b>6</b>
2.2.2. Peformansi Sel Surya.....	6
2.2.3. Klasifikasi Sel Surya.....	8
<b>2.3. Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) .....</b>	<b>8</b>
2.3.1. Prinsip Dasar DSSC.....	9
2.3.2. Struktur DSSC .....	11
<b>2.4. Material DSSC.....</b>	<b>12</b>
2.4.1. Substrat .....	12
2.4.2. Lapisan Semikonduktor / Foto Elektroda .....	12
2.4.3. Photosensitizer / Dye .....	15
2.4.4. Larutan Elektrolit.....	18
2.4.5. Counter Electrode .....	19
<b>2.5. Graphene .....</b>	<b>19</b>
2.5.1 Sifat <i>Graphene</i> .....	19
2.5.2 Karakterisasi <i>Graphene</i> .....	21
<b>2.6. Sintesis Graphene .....</b>	<b>23</b>

2.6.1 Sintesa Secara Kimiawi: <i>Reduced Graphene Oxide</i> ..	23
<b>2.7. Metode <i>Dr. Blade</i> .....</b>	<b>28</b>
<b>2.8. Proses Kalsinasi .....</b>	<b>30</b>
<b>2.9. Kajian Penelitian Sebelumnya .....</b>	<b>31</b>
2.9.1 Hasil Penelitian Sebelumnya Mengenai DSSC .....	31
2.9.2 Hasil Penelitian Sebelumnya Mengenai <i>Graphene</i> ...	32
2.9.3 Hasil Penelitian Sebelumnya Mengenai Fotoanoda Komposit <i>Graphene</i> -TiO <sub>2</sub> .....	33
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>35</b>
<b>3.1. Bahan dan Alat Penelitian .....</b>	<b>35</b>
3.1.1. Transparent Conductive Oxide (TCO) Glass.....	35
3.1.2. Lapisan Semikonduktor <i>Graphene</i> -TiO <sub>2</sub> nanokomposit .....	35
3.1.3. Larutan Elektrolit .....	36
3.1.4. Katalis Counter Electrode .....	36
3.1.5. Larutan <i>Dye</i> .....	37
3.1.6. Dye Sensitized Solar Cell (DSSC).....	37
<b>3.2. Diagram Alir Penelitian.....</b>	<b>38</b>
3.2.1. Diagram Alir Sintesis <i>Graphene</i> .....	38
3.2.2. Diagram Alir Pembuatan <i>Dye Sensitized Solar Cell</i> (DSSC) .....	40
3.2.3. Diagram Alir Pengujian .....	41
<b>3.3. Prosedur Penelitian .....</b>	<b>42</b>
3.3.1. Sintesis <i>Graphene</i> .....	42
3.3.2. Preparasi Fotoanoda.....	42
3.3.3. Preparasi Fotoanoda.....	42
3.3.4. Pembuatan Layer Fotoanoda Komposit TiO <sub>2</sub> - <i>graphene</i> .....	47
3.3.5. Preparasi Larutan Elektrolit .....	49
3.3.6. Preparasi Larutan <i>Dye</i> Ekstrak Ketan Hitam ( <i>Oryza</i> <i>sativa glutinosa</i> ).....	49
3.3.7. Preparasi Katalis <i>Counter Electrode</i> .....	50
3.3.8. Sensitasi Layer Fotoanoda .....	50
3.3.9. Perakitan Dye Sensitized Solar Cell (DSSC).....	51

<b>3.4. Pengujian .....</b>	<b>52</b>
3.4.1. Scanning Electron Microscope (SEM) .....	52
3.4.2. X-Ray Diffraction (XRD).....	52
3.4.3. Spektrofotometer UV-VIS .....	54
3.4.4. Uji Kelistrikan .....	54
<b>BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>57</b>
<b>4.1. Pengujian UV-Vis spektrofotometer .....</b>	<b>57</b>
<b>4.2. Pengujian X-Ray Diffractometry (XRD).....</b>	<b>59</b>
<b>4.3 Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM).....</b>	<b>65</b>
<b>4.4 Pengujian Solar Simulator .....</b>	<b>76</b>
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>85</b>
<b>5.1 Kesimpulan .....</b>	<b>85</b>
<b>5.2 Saran .....</b>	<b>85</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>xxiii</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	
<b>UCAPAN TERIMA KASIH.....</b>	
<b>BIODATA PENULIS .....</b>	





*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Perbandingan sifat <i>graphene</i> dan keluarga karbon lain .....	20
Tabel 2. 2 Hasil penelitian sebelumnya mengenai DSSC .....	31
Tabel 2. 3 Hasil penelitian sebelumnya mengenai <i>graphene</i> .....	32
Tabel 2. 4 Hasil penelitian sebelumnya mengenai Komposit Graphene-TiO <sub>2</sub> .....	33
 Tabel 3. 1 Informasi yang terkandung dalam karakter tinggi, posisi, serta lebar dan bentuk puncak difraksi .....	 53
 Tabel 4. 1 Perbandingan nilai absorbansi maksimum.....	 56
Tabel 4. 2 Nilai absorbansi ekstrak ketan hitam ( <i>Oryza sativa glutinosa</i> ).....	57
Tabel 4. 3 Hasil perhitungan peak pada grafit, grafit oksida, dan <i>graphene</i> .....	60
Tabel 4. 4 Perbandingan posisi 2 $\theta$ , <i>d-spacing</i> , dan intensitas terhadap variasi ultrasonikasi pada peak (002).....	62
Tabel 4. 5 Perbandingan unjuk kerja DSSC dengan berbagai variasi susunan komposit laminat .....	81
Tabel 4. 6 Perbandingan efisiensi berbagai jenis DSSC .....	83

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Spektrum sinar tampak.....	5
Gambar 2. 2 Kurva arus-tegangan (I-V) sel surya.....	7
Gambar 2. 3 Skema klasifikasi sel surya.....	8
Gambar 2. 4 Skema prinsip kerja DSSC.....	10
Gambar 2. 5 Susunan <i>sandwich layer</i> dari DSSC .....	12
Gambar 2. 6 Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> anatase.....	13
Gambar 2. 7 Perbandingan pita energy berbagai fasa TiO <sub>2</sub> .....	14
Gambar 2. 8 Struktur molekul dari anthocyanin serta ikatan yang terjadi di antara anthocyanin dan partikel TiO <sub>2</sub> ..	16
Gambar 2. 9 Ketan hitam ( <i>Oryza sativa glutinosa</i> ).....	18
Gambar 2. 10 Hubungan dispersi <i>graphene</i> .....	21
Gambar 2. 11 Pola XRD pada (a) grafit oksida dan (b) <i>graphene</i> . Titik puncak 2 $\theta$ ( <i>d-spacing</i> ).....	22
Gambar 2. 12 Morfologi <i>graphene</i> yang diamati menggunakan SEM .....	22
Gambar 2. 13 Skema berbagai metode sintesis <i>graphene</i> .....	23
Gambar 2. 14 Diagram alir dari sintesis <i>graphene</i> diturunkan dari grafit oksida .....	24
Gambar 2. 15 Prinsip metode <i>doctor blade</i> menggunakan bingkai dengan reservoir cairan <i>coating</i> yang bergerak relatif ke substrat .....	29
Gambar 2. 16 Ketebalan lapisan diatur dengan jarak antara bingkai dan pisau .....	30
 Gambar 3. 1 Diagram alir pembuatan grafit oksida.....	38
Gambar 3. 2 Diagram alir pembuatan <i>graphene</i> .....	39
Gambar 3. 3 Diagram alir pembuatan Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC).....	40
Gambar 3. 4 Diagram alir pengujian .....	41
Gambar 3. 5 Serbuk grafit.....	42
Gambar 3. 6 Skema <i>set-up ice bath</i> .....	43
Gambar 3. 7 Lembaran grafit oksida .....	44

Gambar 3. 8 Mekanisme terbentuknya <i>graphene</i> oksida dari grafit oksida melalui proses ultrasonikasi .....	45
Gambar 3. 9 Skema reaksi reduksi <i>graphene</i> oksida menjadi <i>graphene</i> /rGO .....	46
Gambar 3. 10 Serbuk <i>graphene</i> .....	47
Gambar 3. 8 Susunan komposit laminat (kiri ke kanan) TiO <sub>2</sub> , TGT, dan TG .....	48
Gambar 3. 9 Hasil layer fotoanoda yang telah dikalsinasi ...	49
Gambar 3. 10 (Dari kiri ke kanan) Serbuk ketan hitam yang sudah diblender, larutan ketan hitam yang dididamkan selama 24 jam, dan ekstrak ketan hitam yang sudah disaring .....	50
Gambar 3. 11 Fotoanoda yang sudah disensitasi.....	51
Gambar 3. 12 <i>Prototype</i> DSSC yang sudah dirakit.....	52
Gambar 3. 13 Mesin Solar Simulator <i>Keithley 2606A I-V Measurement</i> (atas) dan pengujian <i>prototype</i> DSSC menggunakan lampu Xenon berintensitas 200 W/m <sup>2</sup> ...	55
 Gambar 4. 1 Grafik spektrum absorbansi dari berbagai macam dye .....	 57
Gambar 4. 3 Pola XRD grafit, grafit oksida, dan <i>graphene</i> ultrasonikasi 120 menit .....	60
Gambar 4. 4 Perbandingan pola hasil XRD <i>graphene</i> dengan variasi waktu ultrasonikasi .....	62
Gambar 4. 5 Perbandingan pola XRD pada variasi susunan komposit laminat fotoanoda .....	63
Gambar 4. 6 Perbandingan pola XRD posisi 20 antara 23° sampai 27° TiO <sub>2</sub> murni dengan variasi komposit laminat menggunakan <i>graphene</i> dengan waktu ultrasonikasi (a) 90 menit (b) 120 menit (c) 150 menit.....	64
Gambar 4. 6 Struktur morfologi grafit (kiri) dan grafit oksida (kanan) .....	66
Gambar 4. 7 Struktur morfologi <i>graphene</i> dengan variasi waktu ultrasonikasi (a-b) 90 menit, (c-d) 120 menit, dan (e-f) 150 menit.....	67

Gambar 4. 8 Struktur morfologi permukaan dan penampang melintang dari TiO <sub>2</sub> dengan perbesaran (a) 10000x dan (b) 20000x .....	69
Gambar 4. 9 Struktur morfologi permukaan dari TG 90 menit ultrasonikasi <i>graphene</i> dengan perbesaran (a) 2000x, (b) 5000x, dan (b) 20000x .....	70
Gambar 4. 10 Struktur morfologi permukaan dari TG 120 menit ultrasonikasi <i>graphene</i> dengan perbesaran (a) 2000x, (b) 5000x, dan (c) 20000x .....	71
Gambar 4. 11 Struktur morfologi permukaan dari TG 150 menit ultrasonikasi <i>graphene</i> dengan perbesaran (a) 2000x, (b) 5000x, dan (c) 20000x.....	72
Gambar 4. 12 Struktur morfologi permukaan dari TGT 90 menit ultrasonikasi <i>graphene</i> dengan perbesaran (a) 2000x, (b) 5000x, dan (c) 20000x.....	73
Gambar 4. 13 Struktur morfologi permukaan dari TGT 120 menit ultrasonikasi <i>graphene</i> dengan perbesaran (a) 2000x, (b) 5000x, dan (c) 20000x.....	74
Gambar 4. 14 Struktur morfologi permukaan dari TGT 150 menit ultrasonikasi <i>graphene</i> dengan perbesaran (a) 2000x, (b) 5000x, dan (c) 20000x.....	75
Gambar 4. 15 Kurva J-V pada TiO <sub>2</sub> .....	77
Gambar 4. 16 Kurva J-V pada komposit TG 90 .....	77
Gambar 4. 17 Kurva J-V pada komposit TG 120 .....	78
Gambar 4. 18 Kurva J-V pada komposit TG 150 .....	78
Gambar 4. 19 Kurva J-V pada komposit TGT 90.....	79
Gambar 4. 20 Kurva J-V pada komposit TGT 120.....	79
Gambar 4. 21 Kurva J-V pada komposit TGT 150.....	80
Gambar 4. 22 Perbandingan Kurva J-V pada variasi susunan lapisan komposit laminat .....	81
Gambar 4. 23 Diagram perbandingan efisiensi pada berbagai variasi susunan komposit laminat.....	82



*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*



## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1. Latar Belakang**

Dengan semakin menipisnya cadangan energi fosil dunia, sekarang ini terjadi pergeseran dari penggunaan sumber energi tak terbarukan menuju sumber energi yang terbarukan. Selain itu, penggunaan bahan bakar fosil secara luas dapat meningkatkan konsentrasi CO<sub>2</sub> di atmosfer sehingga menyebabkan terjadinya pemanasan global. Beberapa sumber energi alternatif yang saat ini banyak dikembangkan adalah tenaga air, biomassa, tenaga angin, dan tenaga surya. Namun, hingga saat ini pemanfaatan sumber energi alternatif yang dapat diperbaharui masih didominasi oleh tenaga air dikarenakan pengembangan dan penanaman modal yang membutuhkan biaya besar.

Salah satu energi alternatif yang mempunyai potensi sumber energi yang sangat besar namun sering kali terabaikan adalah energi matahari. Energi yang dikeluarkan oleh sinar matahari sebenarnya hanya diterima oleh permukaan bumi sebesar 69% dari total energi pancaran matahari. Sedangkan suplai energi surya dari sinar matahari yang diterima oleh permukaan bumi mencapai  $3 \times 10^{24}$  Joule pertahun, energi ini setara dengan  $2 \times 10^{17}$  Watt. (Yuliarto, dkk, 2006). Hal tersebut mendorong para peneliti untuk menemukan teknologi yang efektif dan efisien untuk memanfaatkan energi matahari. Salah satunya dengan penggunaan sel surya yang sudah mulai digunakan oleh Negara-negara maju dan berkembang. Pengembangan teknologi sel surya ini sudah mengalami peningkatan, mulai dari sel surya silikon, sampai sel surya tingkat lanjut, yaitu *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC).

*Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) atau dikenal dengan Grätzel cell merupakan salah satu kandidat potensial sel surya generasi mendatang. Hal ini dikarenakan tidak memerlukan material dengan kemurnian tinggi sehingga biaya proses produksinya yang relatif rendah dibandingkan dengan sel surya

konvensional dimana menggunakan material silikon dengan kemurnian lebih dari 99%. Berbeda dengan sel surya generasi sebelumnya, pada DSSC energi matahari dirubah menjadi energi listrik melalui sel fotoelektrokimia. Hubert, dkk (2014) mengatakan bahwa DSSC masih mempunyai efisiensi lebih rendah dibandingkan dengan sel surya silikon. Namun dikarenakan absorpsi cahaya yang dilakukan oleh molekul dye, DSSC dapat bekerja pada tingkat intensitas cahaya yang rendah.

Banyak peluang untuk meningkatkan efisiensi DSSC, salah satunya dengan menggunakan *graphene* sebagai nanostruktur dari material karbon. *Graphene* berasal dari grafit dimana mudah didapatkan dan tidak mahal. Properti elektronik dan optik didukung oleh luas permukaan yang besar menjadikan *graphene* sebagai material yang pantas untuk peningkatan performa sel surya. Penggabungan *graphene* kedalam material semikonduktor sebagai anoda mengarah kepada peningkatan jumlah cahaya matahari yang tertangkap dan kecepatan transport elektron sehingga meningkatkan performa sel surya.

Pada penelitian ini akan dibuat *prototype* sel surya menggunakan material semikonduktor nanokristalin  $\text{TiO}_2$  yang dikompositkan dengan *graphene* secara laminat pada kaca FTO. Sedangkan dye yang digunakan sebagai *sensitizer* (penangkap energi matahari) adalah bahan dye organik yaitu *anthocyanin* hasil ekstraksi dari ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*). Larutan elektrolit yang digunakan terdiri dari *iodine* ( $\text{I}^-$ ) dan *triiodide* ( $\text{I}_3^-$ ) sebagai pasangan redoks dalam pelarut. Selanjutnya DSSC akan diuji kelistrikan menggunakan *solar simulator* dan hasil pengukuran dengan variasi susunan komposit laminat  $\text{TiO}_2/\text{graphene}$  dan waktu ultrasonikasi dalam sintesis *graphene* akan dibandingkan dan disimpulkan. Diharapkan DSSC yang dibuat dapat mengkonversi energi matahari menjadi energi listrik dengan performa yang lebih baik dari penelitian sebelumnya.

## 1.2. Perumusan Masalah

Permasalahan yang terdapat dalam penelitian ini adalah,

1. Bagaimana pengaruh waktu ultrasonikasi dalam sintesis *graphene* yang dipadukan dengan  $\text{TiO}_2$  sebagai semikonduktor dalam pembuatan DSSC terhadap unjuk kerja DSSC?
2. Bagaimana pengaruh susunan komposit laminat *graphene*- $\text{TiO}_2$  sebagai semikonduktor dalam pembuatan DSSC terhadap unjuk kerja DSSC?
3. Bagaimana pembuatan prototype DSSC skala laboratorium untuk konversi energi cahaya matahari menjadi energi listrik?

## 1.3. Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini, agar penelitian lebih terarah adalah sebagai berikut,

1. Ketebalan lapisan film dianggap sama
2. Kecepatan deposisi pasta menggunakan metode *Dr. blade* dianggap konstan
3. Laju kenaikan dan penurunan temperatur dianggap konstan
4. Temperatur saat holding dianggap konstan
5. Waktu tahan dianggap akurat
6. Temperatur dan tekanan udara sekitar dianggap konstan

## 1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah,

1. Menganalisis pengaruh waktu ultrasonikasi dalam sintesis *graphene* yang dipadukan dengan  $\text{TiO}_2$  sebagai semikonduktor dalam pembuatan DSSC terhadap unjuk kerja DSSC.
2. Menganalisis pengaruh susunan komposit laminat *graphene*- $\text{TiO}_2$  sebagai semikonduktor dalam pembuatan DSSC terhadap unjuk kerja DSSC.

3. Membuat prototype DSSC skala laboratorium untuk mengkonversi energi cahaya matahari menjadi energi listrik.

### **1.5. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan waktu ultrasonikasi yang terbaik dalam sintesis *graphene* dan mendapatkan susunan komposit laminat *graphene*-TiO<sub>2</sub> yang terbaik sebagai material semikonduktor dalam pembuatan DSSC, sehingga didapatkan performa DSSC yang tinggi.

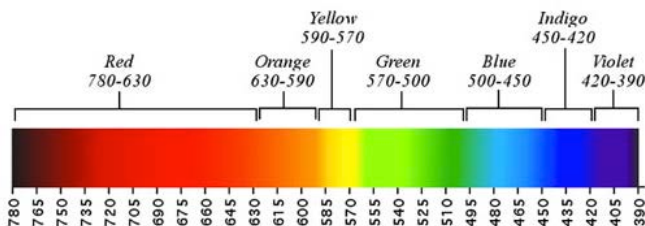
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Energi Surya

Energi surya adalah radiasi yang diproduksi oleh reaksi fusi nuklir pada inti matahari. Matahari mensuplai hampir semua panas dan cahaya yang diterima bumi untuk digunakan makhluk hidup. Energi surya sampai ke bumi dalam bentuk paket-paket energi yang disebut foton. Intensitas radiasi matahari yang datang kepada permukaan atmosfer bumi disebut konstanta surya, yaitu sebesar  $1365 \text{ W/m}^2$ . Setelah disaring oleh atmosfer bumi. Beberapa spektrum cahaya hilang, dan intensitas puncak radiasi menjadi sekitar  $1000 \text{ W/m}^2$ . Nilai ini adalah tipikal intensitas radiasi pada keadaan permukaan tegak lurus sinar matahari pada keadaan cerah (Kopp, dkk, 2011).

Energi matahari yang dipancarkan ke bumi berupa radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang 100 nm sampai 1 mm. Radiasi elektromagnetik tersebut terbagi menjadi 5 menurut panjang gelombang, salah satunya adalah sinar tampak. Sinar tampak mempunyai panjang gelombang berkisar dari 380 nm – 780 nm, yang meliputi warna merah, oranye, kuning, hijau, biru, dan ungu (Naylor, dkk, 1995). **Gambar 2.1.** menunjukkan spektrum sinar tampak yang dipancarkan oleh matahari.



**Gambar 2.1** Spektrum sinar tampak  
(Yound and Freedman, 2008)

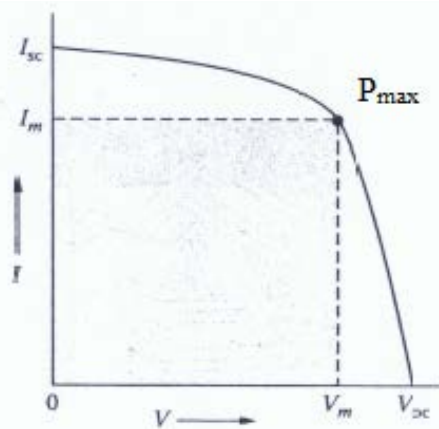
## 2.2. Sel Surya

Sel surya atau fotovoltaiik adalah perangkat yang mengkonversi radiasi sinar matahari menjadi energi listrik. Efek fotovoltaiik ini ditemukan oleh Becquerel pada tahun 1830, dimana Becquerel mendeteksi adanya tegangan foto ketika sinar matahari mengenai elektroda pada larutan elektrolit. Pada tahun 1954, peneliti Bell Telephone menemukan untuk pertama kali sel surya silikon berbasis *p-n junction* dengan efisiensi 6%. Sel surya silikon mendominasi pasar sel surya dengan pangsa pasar sekitar 82% dan efisiensi lab dan komersil berturut-turut yaitu 24.7% dan 15% (Green, 2001). Saat ini dikembangkan sel surya dengan *p-n junction* ganda yang terdiri dari material semikonduktor yang berbeda sehingga dapat mencapai angka efisiensi sebesar 43.5% (Solar Junction, 2011).

Sel surya pada umumnya menggunakan material semikonduktor sebagai penghasil electron bebas. Material semikonduktor adalah suatu padatan (solid) dan seperti logam, konduktifitas elektriknya juga ditentukan oleh elektron valensinya. (Goetzberger, dkk, 2005). *Band gap* dari suatu semikonduktor sangat menentukan banyaknya spektrum cahaya yang dapat diserap oleh sel surya. Hanya energi yang setara atau lebih besar dari *band gap* yang mampu terserap mengeksitasi elektron. Pergerakan elektron bebas dari pita konduktif dan pergerakan hole dari pita valensi melewati *band gap* inilah yang menimbulkan energi listrik (Bologna, 2006).

### 2.2.2. Peformansi Sel Surya

Daya listrik yang dihasilkan sel surya ketika mendapat cahaya diperoleh dari kemampuan perangkat sel surya tersebut untuk memproduksi tegangan ketika diberi beban dan arus melalui beban pada waktu yang sama. Kemampuan ini direpresentasikan dalam kurva arus-tegangan (I-V) (**Gambar 2.2**).



**Gambar 2.2** Kurva arus-tegangan (I-V) sel surya  
(Solar Energy – Renewable Energy and The Environment, 2010)

Ketika sel dalam kondisi *short circuit*, arus maksimum atau arus short circuit ( $I_{sc}$ ) dihasilkan, sedangkan pada kondisi open circuit tidak ada arus yang dapat mengalir sehingga tegangannya maksimum, disebut tegangan open circuit ( $V_{oc}$ ). Titik pada kurva I-V yang menghasilkan arus dan tegangan maksimum disebut titik daya maksimum (MPP). Karakteristik penting lainnya dari sel surya yaitu fill factor (FF), dengan persamaan,

$$FF = \frac{V_{MPP} \cdot I_{MPP}}{V_{oc} \cdot I_{sc}} \quad (2.1)$$

Dengan menggunakan fill factor maka maksimum daya dari sel surya didapat dari persamaan,

$$P_{MAX} = V_{oc} \cdot I_{sc} \cdot FF \quad (2.2)$$

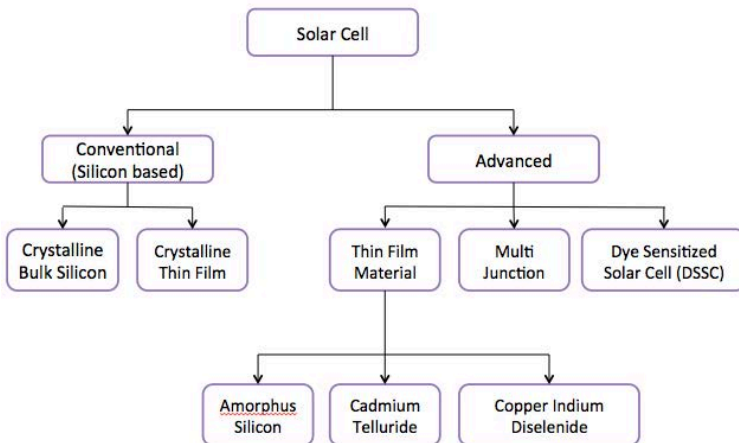
Sehingga efisiensi sel surya yang didefinisikan sebagai daya yang dihasilkan dari sel ( $P_{max}$ ) dibagi dengan daya dari cahaya yang datang ( $P_{in}$ ) :

$$\eta = \frac{P_{max}}{P_{in}} \quad (2.3)$$

Nilai efisiensi ini yang menjadi ukuran global dalam menentukan kualitas performansi suatu sel surya (Septina, 2007).

### 2.2.3. Klasifikasi Sel Surya

Secara umum sel surya dapat diklasifikasikan sebagai sel surya sederhana (*conventional/silicon based*) dan sel surya yang terus dikembangkan (*advanced*) (Handini, 2008). Klasifikasi sel surya dapat diilustrasikan pada **Gambar 2.3**.



**Gambar 2.3** Skema klasifikasi sel surya (Handini. 2008)

### 2.3. Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)

Dye Sensitized Solar Cell (DSSC), sejak pertama kali ditemukan oleh Professor Michael Gratzel pada tahun 1991. Berbeda dengan prinsip kerja solar cell konvensional (inorganic solar cell), DSSC mengkonversi energy cahaya ke listrik dalam skala molekular. Prinsip kerjanya berdasarkan proses photo-electro-chemical. Dengan kata lain menggunakan prinsip fotosintesis atau elektrokimia sederhana (Grätzel, 1998).



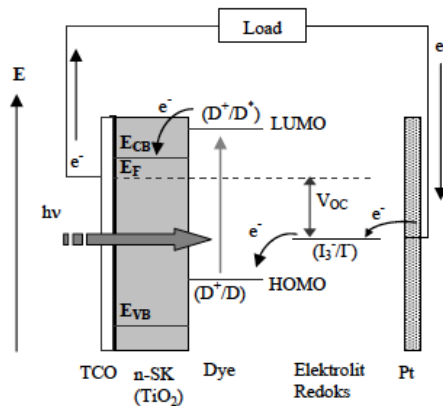
### 2.3.1. Prinsip Dasar DSSC

DSSC menggunakan material semikonduktor berupa lapisan oksida berpori dengan partikel berukuran nano yang di sintering sebagai tempat berlangsungnya konduksi elektron. Material semikonduktor yang umum dipakai adalah  $\text{TiO}_2$  (anatase) walaupun material alternatif seperti  $\text{ZnO}$  dan  $\text{Nb}_2\text{O}_3$  dapat digunakan (Grätzel, 2003). Berbeda dengan sel surya p-n silikon, pada sel surya tersensitasi dye cahaya foton diserap oleh dye yang melekat pada permukaan partikel  $\text{TiO}_2$  yang bertindak sebagai donor elektron dan berperang sebagai pompa fotoelektrokimia. Elektron-elektron dari level HOMO (Highest Occupied Molecular Orbital) dieksitasi ke tingkat energy yang lebih tinggi LUMO (Lowest Unoccupied Molecular Orbital) ketika molekul dye menyerap foton dengan energy yang sesuai, mirip dengan fungsi klorofil pada proses fotosintesis tumbuhan (Grätzel, 1998).

Prinsip kerja sel surya  $\text{TiO}_2$  tersensitasi dye ditunjukkan secara skematik pada **Gambar 2.4**, sedangkan urutan proses yang terjadi di dalam sel surya dirangkum pada persamaan (2.4 - 2.8). Dye (D) menyerap sebuah foton mengakibatkan elektron tereksitasi dari level HOMO ke LUMO pada molekul dye. Dye tereksitasi ( $\text{D}^*$ ) menginjeksi sebuah elektron kedalam pita konduksi (CB) semikonduktor ( $\text{TiO}_2$ ) yang berada sedikit lebih tinggi daripada level konduksi  $\text{TiO}_2$ . Elektron tersebut melintas melewati partikel-partikel  $\text{TiO}_2$  menuju kontak belakang berupa lapisan konduktif transparan ITO (indium tin oxide), selanjutnya ditransfer melewati rangkaian luar menuju elektroda lawan. Elektron masuk kembali ke dalam sel dan mereduksi sebuah donor teroksidasi ( $\text{I}^+$ ) yang ada di dalam elektrolit. Dye teroksidasi ( $\text{D}^+$ ) akhirnya menerima sebuah elektron dari donor tereduksi ( $\text{I}^{3-}$ ) dan tergenerasi kembali menjadi molekul awal (D). Rangkaian reaksi kimia di dalam sel adalah sebagai berikut (Li, dkk, 2006):



Tegangan yang dihasilkan oleh sel surya nanokristal tersensitisasi dye berasal dari perbedaan tingkat energy konduksi elektroda semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dengan potensial elektrokimia pasangan elektrolit redoks ( $I^-/I_3^-$ ). Sedangkan arus yang dihasilkan dari sel surya ini terkait langsung dengan jumlah foton yang terlibat dalam proses konversi dan bergantung pada intensitas penyinaran serta kinerja dye yang digunakan (Li, dkk, 2006).



**Gambar 2.4** Skema prinsip kerja DSSC  
(Maddu, dkk, 2007)

### 2.3.2. Struktur DSSC

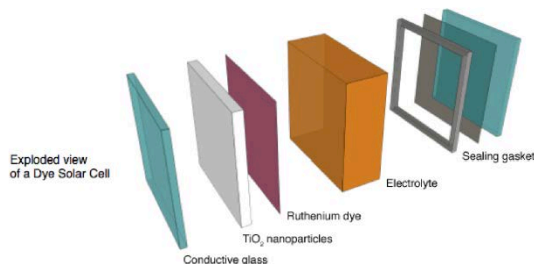
*Dye Sensitized Solar Cell* merupakan suatu perangkat sel surya yang tersusun dari sepasang elektroda dan *counter* elektroda. Elektroda terbuat dari substrat kaca konduktif yang telah dilapisi *Transparent Conductive Oxide* (TCO), yang terdiri

dari dua jenis yaitu *Indium Tin Oxide* (ITO) dan *Flourine Tin Oxide* (FTO).

Berbeda dengan sel surya konvensional, *Dye Sensitized Solar Cell* adalah sel surya fotoelektrokimia, sehingga menggunakan elektrolit sebagai medium transport muatan. Selain elektrolit, *Dye Sensitized Solar Cell* terbagi menjadi beberapa bagian yang terdiri dari nanopori ZnO atau TiO<sub>2</sub>, molekul *dye* yang terabsorpsi di permukaan ZnO atau TiO<sub>2</sub>, dan katalis yang semuanya dideposisi di antara dua kaca konduktif.

Pada elektroda dilapisi oleh *layer* oksida nanopartikel yang dilapisi oleh molekul *dye* (zat pewarna) sensitasi. Molekul *dye* berfungsi sebagai penangkap foton cahaya, sedangkan nanopartikel semikonduktor berfungsi menyerap dan meneruskan foton menjadi elektron. Pada *counter* elektroda diberi katalis, umumnya karbon atau platinum, berfungsi untuk mempercepat kinetika reaksi proses reduksi triiodide pada TCO.

Selain itu, *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) juga menggunakan media elektrolit sebagai medium transport muatan. Elektrolit yang umumnya digunakan pada DSSC terdiri dari iodine (I<sup>-</sup>) dan triiodide (I<sub>3</sub><sup>-</sup>) sebagai pasangan redoks dalam pelarut. Skematis susunan *sandwich layer* dari *Dye Sensitized Solar Cell* diilustrasikan pada **Gambar 2.5**.



**Gambar 2.5** Susunan *sandwich layer* dari DSSC  
(Solaronix, 2008)

## 2.4. Material DSSC

### 2.4.1. Substrat

Substrat yang umum digunakan pada DSSC yaitu jenis TCO (Transparent Conductive Oxide), merupakan kaca transparan konduktif yang dapat mengalirkan muatan. Material substrat berfungsi sebagai badan dari sel surya dimana layer oksida dan *counter electrode* karbon atau platina akan didekomposisikan.

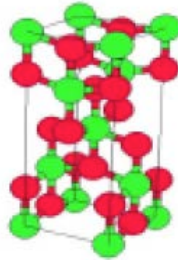
Umumnya lapisan konduktif TCO terbuat dari lapisan tipis tin oksida ( $\text{SnO}_2$ ) yang diberi dopant fluorine (*Fluorine Tin Oxide* atau FTO) atau indium (*Indium Tin Oxide* atau ITO). Hal ini dikarenakan dalam proses sintering layer oksida pada substrat di suhu 400-500°C, material-material tersebut memiliki konduktifitas yang baik dan tidak mengalami *defect* atau cacat pada rentang temperatur tersebut (Septina, 2007).

### 2.4.2. Lapisan Semikonduktor / Foto Elektroda

Kemampuan suatu DSSC dalam mengkonversi energi cahaya menjadi energi listrik sangat ditentukan oleh *layer* oksida yang digunakan. (Smestad, dkk. 1998). Penggunaan oksida semi konduktor dikarenakan kestabilannya menghadapi fotokorosi. Selain itu, lebar pita energinya yang besar ( $> 3 \text{ eV}$ ) dibutuhkan untuk transparansi semikonduktor pada sebagian besar spektrum cahaya matahari, sehingga foton cahaya yang terserap pun lebih banyak (Septina, 2007).

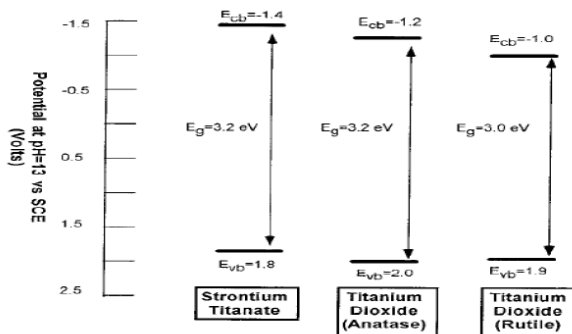
#### 2.4.2.1. Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ )

Titanium dioxide yang juga dikenal dengan titanium(IV) oxide atau titania adalah bentuk dari oksida alami titanium. Di alam umumnya  $\text{TiO}_2$  mempunyai tiga fasa yaitu rutile, anatase, dan brookite (Greenwood, dkk, 1984). Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  anatase ditunjukkan pada **Gambar 2.6**.



**Gambar 2.6** Struktur Kristal  $\text{TiO}_2$  anatase (Phattalung, dkk, 2006)

Pada aplikasi DSSC umumnya digunakan  $\text{TiO}_2$  fasa anatase. Hal ini dikarenakan pada fasa tersebut  $\text{TiO}_2$  memiliki sifat fotoaktif yang tinggi, antara lain photovoltaic dan photocatalytic. Hal ini dikarenakan fasa rutile memiliki energy level lebih tinggi dibandingkan fasa  $\text{TiO}_2$  lainnya. Fasa rutile memiliki pita valensi yang rendah dan band gap yang lebih lebar. Hal ini sebagaimana ditunjukkan **Gambar 2.7**.



**Gambar 2.7** Perbandingan pita energy berbagai fasa  $\text{TiO}_2$  (Phattalung, dkk, 2006)

Untuk aplikasi DSSC digunakan struktur nanopori  $\text{TiO}_2$ , dikarenakan luas permukaan yang tinggi dapat meningkatkan

daya serap  $\text{TiO}_2$  terhadap molekul dye. Hal ini selanjutnya akan meningkatkan daya serap foton oleh DSSC. Hingga saat ini  $\text{TiO}_2$  masih merupakan layer oksida yang paling sering digunakan dalam aplikasi DSSC karena efisiensinya yang belum tertandingi oleh layer oksida semikonduktor lainnya. Hal ini salah satunya disebabkan oleh nilai band gap dari  $\text{TiO}_2$  (3.2eV) berada pada rentang panjang gelombang dari sinar UV. Sehingga efektifitas penyerapan sinar matahari juga akan lebih baik. Selain itu kelebihan  $\text{TiO}_2$  adalah harganya yang relative lebih murah disbanding material semikonduktor lain (Phattalung, dkk, 2006).

#### **2.4.2.2. Komposit $\text{TiO}_2$ / *Graphene***

Komposit merupakan kombinasi dari material yang berbeda baik komposisi maupun bentuk dalam skala mikro. Di dalam komposit, material tersebut tidak sepenuhnya bergabung dengan karakteristik baru, melainkan kedua material tersebut masih mempertahankan karakteritiknya sendiri. Biasanya antar material pembentuk komposit, masih bisa diidentifikasi secara fisik dan keduanya dipisahkan dengan *interface* (Departement of Defense, 1997). Pada penelitian ini digunakan komposit *graphene*- $\text{TiO}_2$  sebagai layar semikonduktor pada DSSC, karena salah satu kelebihan dari kedua material ini adalah konduktivitas elektriknya yang tinggi.

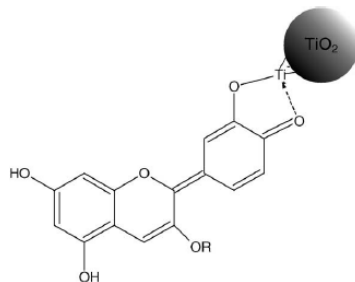
Untuk meningkatkan transfer elektron dan mengurangi rekombinasi *hole* – elektron, dapat dilakukan hibridisasi antara *graphene* dengan  $\text{TiO}_2$  sebagai material semikonduktor. Material ini sering digunakan pada aplikasi fotolistrik seperti sel surya dan *photoelektron* karena memiliki nilai konduktivitas elektrik yang tinggi, yaitu sebesar  $2000 \text{ S cm}^{-2}$  (Wu, dkk, 2012). Melalui pengukuran *photo-current*, *photo-induced* elektron dan hole  $\text{TiO}_2$  dapat ditangkap oleh material *graphene*, sehingga dapat meningkatkan konduktivitas elektrik material semikonduktor (Liu, dkk, 2011). Dengan demikian material *graphene* yang dikompositkan dengan  $\text{TiO}_2$  sebagai semikonduktor DSSC berfungsi untuk menaikkan performa DSSC.

Metode yang sering digunakan untuk produksi komposit  $\text{TiO}_2/\text{graphene}$  adalah metode *spin coating* dan *screen printed*. Karena kedua metode tersebut cukup mudah dan cepat serta mudah melakukan kontrol terhadap ketebalan yang dibutuhkan. Dibandingkan dengan metode lainnya, kedua metode tersebut memiliki beberapa parameter seperti komposisi pasta, ukuran layer dan waktu *printing* untuk metode *screen printed*. Dan viskositas larutan, kandungan padatan, kecepatan angular, dan waktu putar untuk metode *screen printed* (Haiyan, dkk, 2014).

### 2.4.3. *Photosensitizer / Dye*

Zat pewarna pada layer oksida DSSC berfungsi untuk menangkap foton cahaya. Selanjutnya foton tersebut akan diabsorpsi ke dalam nanopartikel  $\text{TiO}_2$ . Pada Grätzel cell, zat pewarna yang umumnya digunakan dan mencapai efisiensi paling tinggi yaitu jenis ruthenium complex. Namun, *dye* jenis ruthenium complex cukup sulit untuk disintesis dan berharga mahal. Dewasa ini telah dikembangkan DSSC dengan zat pewarna organik yang murah dan mudah didapat yaitu, dengan menggunakan unsur pewarna alami (Flavonoids) dari buah-buahan, bunga, kayu dan bahan organik lainnya. Flavonoids berfungsi sebagai proteksi terhadap sinar UV. Flavonoids yang umum digunakan pada DSSC adalah yang memiliki kandungan anthocyanin (Grätzel, 1998).

*Anthocyanin* adalah komposisi utama pada beberapa *dye* natural dan sering kali dijumpai pada buah-buahan, bunga, dan dedaunan tumbuhan. *Anthocyanin* menunjukkan sinar tampak dari rentang warna merah sampai biru. Hal ini menjadikan anthocyanin sebagai *sensitizer / dye* yang cukup efisien untuk semikonduktor dengan *band gap* lebar (Cherepy, dkk, 1997). Struktur molekul *anthocyanin* diilustrasikan pada **Gambar 2.8**. Dengan keberadaan carbonyl dan hydroxyl pada molekul anthocyanin, dapat terikat dengan permukaan film  $\text{TiO}_2$  dimana dapat terjadi efek konversi fotoelektrik (Hao, dkk 2006).



**Gambar 2.8** Struktur molekul dari anthocyanin serta ikatan yang terjadi di antara anthocyanin dan partikel  $\text{TiO}_2$  (Hao, dkk, 2006)

#### 2.4.3.1. Ketan Hitam (*Oryza sativa glutinosa*)

Ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) merupakan salah satu hasil panen pertanian Indonesia. Menurut para ahli pangan, ketan hitam memiliki kandungan kadar gula yang lebih sedikit, lebih banyak serat, vitamin E, dan antioksidan. Selain itu, ketan hitam juga mengandung banyak *aleurone* dan *endospermia* yang memproduksi *anthocyanin* sehingga menghasilkan warna ketan hitam tersebut menjadi ungu pekat mendekati hitam. Berikut ini adalah klasifikasi ketan hitam menurut sistem taksonomi tumbuhan:

Nama Indonesia : Ketan hitam  
 Kingdom : *Plantae*  
 Sub kingdom : *Viridae plantae*  
 Divisi : *Tracheophyta*  
 Kelas : *Spermatopsida*  
 Sub kelas : *Commelinidae*  
 Ordo : *Poales*  
 Famili : *Gramineae*  
 Genus : *Oryza*  
 Spesies : *Oryza sativa glutinosa*



Pemanfaatan anthocyanin dari ekstrak ketan hitam akan digunakan sebagai bahan utama *dye* dalam DSSC. Pada penelitian yang dilakukan oleh Yulianto. (2010), kandungan anthocyanin dalam ketan hitam terbukti dapat tersebar dalam jaringan material semikonduktor  $\text{TiO}_2$ .



**Gambar 2.9** Ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*)

#### **2.4.4. Larutan Elektrolit**

Elektrolit pada DSSC berfungsi sebagai penghasil reaksi redoks dalam sistem photoelectrochemical. Adapun beberapa karakterisasi elektrolit yang ideal digunakan pada DSSC adalah (Septina, 2007):

1. Potensial redoksnya secara termodinamika berlangsung sesuai dengan potensial redoks dari dye untuk tegangan sel yang maksimal.
2. Tingginya kelarutan terhadap pelarut untuk mendukung konsentrasi yang tinggi dari muatan pada elektrolit.
3. Pelarut mempunyai koefisien difusi yang tinggi untuk transportasi massa yang efisien.
4. Tidak adanya karakteristik spektral pada daerah cahaya tampak untuk menghindari absorpsi cahaya datang pada elektrolit.
5. Kestabilan yang tinggi baik dalam bentuk tereduksi maupun teroksidasi.
6. Mempunyai reversibilitas tinggi
7. Inert terhadap komponen lain pada DSSC

Elektrolit yang digunakan pada DSSC terdiri dari pasangan

iodine ( $I^-$ ) dan triiodide ( $I_3^-$ ) sebagai redoks dalam pelarut. Sejak penemuan DSSC lebih dari dua decade, tidak ada larutan elektrolit yang memiliki kemampuan lebih dari pasangan redoks  $I_3^-/I^-$  tersebut (Wolfbauer, dkk, 2001).

#### 2.4.5. Counter Electrode

Katalis dibutuhkan untuk mempercepat kinetika reaksi proses reduksi triiodide pada TCO. Umumnya digunakan platina sebagai katalis dalam berbagai aplikasi dikarenakan efisiensi katalitiknya yang tinggi (Septina, 2007). Pendekomposisian platina pada TCO dapat dilakukan dengan berbagai metoda antara lain elektrokimia, sputtering, spin coating, atau pyrolysis.

Namun, platina merupakan material yang mahal. Sebagai alternatif, Kay & Grätzel mengembangkan desain DSSC menggunakan counter-elektroda karbon (Kay, dkk, 1996). Karbon digunakan karena memiliki luas permukaan yang tinggi, sehingga keaktifannya dalam reduksi triiodida dapat menyerupai platina. Untuk mendapatkan coating karbon yang lebih tahan lama dapat dihasilkan dengan melakukan anneal karbon counter elektroda pada suhu  $450^\circ\text{C}$  untuk beberapa menit. (Grätzel, 1998).

#### 2.5. Graphene

*Graphene* adalah susunan atom karbon dalam kerangka heksagonal serupa sarang lebah yang membentuk satu lembaran setipis satu atom. Penemuan *graphene* secara eksperimental terjadi tahun 2004 (Novoselov, dkk, 2004). *Graphene* merupakan satu lapis (tebal  $\sim 0.34$  nm) atom karbon yang mengalami hibridisasi  $sp^2$  (berikatan kovalen dengan 3 atom lainnya) dengan susunan kisi segi enam planar (*honeycomb lattice 2D*) membentuk struktur yang unik, baik sifat mekanik maupun kelistrikan (Basu, dkk, 2012).

### 2.5.1 Sifat *Graphene*

Hasil-hasil penelitian perbandingan alotrofi karbon, seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 2.1**, menunjukkan bahwa *graphene* memiliki sifat-sifat yang unggul dibandingkan dengan keluarga karbon yang lainnya terutama pada sifat elektronik.

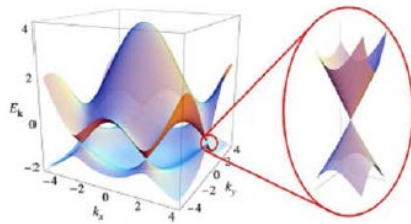
**Tabel 2.1** Perbandingan sifat *graphene* dan keluarga karbon lain (Wu, dkk, 2012)

Alotrofi Karbon	Grafrit	Intan	Fullerene	Carbon Nanotubes	<i>Graphene</i>
Bentuk Hibridisasi	Sp <sup>2</sup>	Sp <sup>2</sup>	Sp <sup>2</sup>	Sp <sup>2</sup>	Sp <sup>2</sup>
Sistem Kristal	Heksagonal	Oktahedral	Tetragonal	Ikosahedral	Heksagonal
Dimensi	3	3	0	1	2
Massa Jenis (g cm <sup>-3</sup> )	2.09 – 2.23	3.5 – 3.53	1.72	>1	>1
Luas Permukaan Spesifik (m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> )	10 - 20	20 - 160	80 - 90	1300	1500
Sifat Optik	Uniaksial	Isotropik	Non Linear	Tergantung Struktur	Transmitan Optik
Konduktivitas Termal (W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	1600 - 2000	900 - 2320	0.4	3500	4840 - 5300
Kekerasan	Tinggi	Sangat Tinggi	Tinggi	Tinggi	Tertinggi
Sifat Elektronik	Konduktor	Insulator	Insulator	Metalik, Semi konduktor	Semimetal, Semi konduktor
Konduktivitas Elektrik (S cm <sup>-1</sup> )	3 x 10 <sup>4</sup>	Tidak Ada Data	1 x 10 <sup>-10</sup>	Tergantung Struktur	2000

Untuk memahami sifat-sifat dasar *graphene*, orang melakukan pemodelan terhadap struktur kristal *graphene*. Sifat-sifat yang diteliti adalah kurva dispersi, band gap, konduktivitas, dan mobilitas pembawa muatan. Sedangkan, parameter-parameter yang ditinjau adalah dimensi lembaran *graphene*,

jumlah lapisan, dan keberadaan pengotor (doping).

*Graphene* dalam bentuk lembaran (sheet) yang luasnya tidak terbatas memiliki hubungan dispersi seperti ditunjukkan dalam **Gambar 2.10** (Castro, dkk, 2009). Pada pojok-pojok zona Brillouin pertama, energi elektron pada pita konduksi tepat bertemu dengan pita valensi membentuk kerucut. Pada tempat ini, yang dinamakan titik Dirac, nilai energi berbanding lurus dengan momentum, sehingga massa efektif elektron adalah nol.



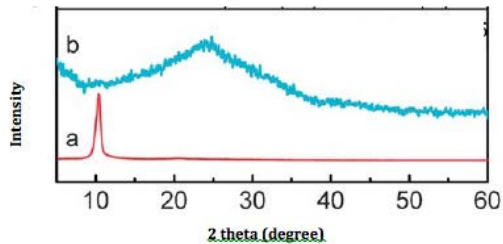
**Gambar 2.10** Hubungan dispersi *graphene* (Morozov, dkk, 2008).

Hal ini menyebabkan *graphene* bersifat semilogam dengan band gap nol. Elektron-elektron *graphene* bersifat relativistik dan mengalami sedikit saja hamburan terhadap fonon sehingga batas atas mobilitas elektron *graphene* sangat tinggi yaitu 200.000 cm<sup>2</sup>/Vs. Dalam kaitannya dengan efek medan, mobilitas elektron *graphene* yang didapatkan dari pemodelan mencapai 80.000 cm<sup>2</sup>/Vs (Morozov, dkk, 2008).

### 2.5.2 Karakterisasi *Graphene*

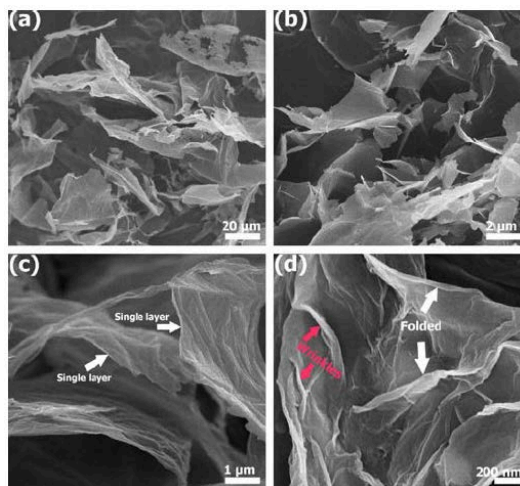
Pengujian XRD dari *graphene* menunjukkan terjadinya perubahan struktur dari grafit oksida menjadi *graphene*. Pada grafit oksida memiliki intensitas yang relatif tinggi dengan titik puncak pada posisi  $2\theta \sim 9-10^\circ$  dengan d-spacing  $\sim 8.60 \text{ \AA}$  kemudian bergeser lagi ke posisi  $\sim 23-24^\circ$  dengan d-spacing  $\sim 3.62 \text{ \AA}$  pada *graphene* yang mengindikasikan terjadinya proses

reduksi, seperti ditunjukkan **Gambar 2.11**.



**Gambar 2.11** Pola XRD pada (a) grafit oksida dan (b) *graphene*. Titik puncak  $2\theta$  (*d-spacing*) (Zhang, dkk, 2010)

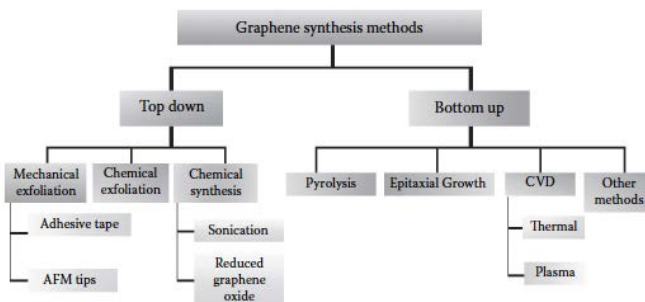
Sedangkan pada pengujian SEM (Scanning Electron Microscope), struktur *graphene* menunjukkan morfologi lembaran transparan dimana dapat diketahui bentuk single layer *graphene*, wrinkle, maupun folding yang terjadi pada permukaan *graphene* (**Gambar 2.12**).



**Gambar 2.12** Morfologi *graphene* yang diamati menggunakan SEM (Khai, dkk. 2013)

## 2.6. Sintesis *Graphene*

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis *graphene* dalam hal jumlah lapisan, luas, dan bentuknya. Namun, pengelupasan secara mekanik (*mechanical exfoliation*), pengelupasan secara kimia (*chemical exfoliation*), sintesis secara kimia, dan *chemical vapor deposition* (CVD) adalah metode yang paling sering digunakan saat ini. Beberapa metode baru yang sudah ditemukan seperti *unzipping nanotube* dan *microwave synthesis* masih perlu lebih dikembangkan. Pada dasarnya metode sintesis *graphene* terbagi dua yaitu pembelahan grafit menjadi lapisan-lapisan *graphene* (*top down*) dan penumbuhan *graphene* secara langsung dari atom-atom karbon (*bottom up*). Berbagai metode sintesis *graphene* dapat diilustrasikan pada **Gambar 2.13** (Choi, dkk, 2012).



**Gambar 2.13** Skema berbagai metode sintesis *graphene* (Choi, dkk, 2012)

### 2.6.1. Sintesa Secara Kimiawi : *Reduced Graphene Oxide*

*Graphene* dapat di sintesis dengan menggunakan metode Hummer, yang melibatkan proses oksidasi dari grafit menjadi grafit oksida, kemudian dilanjutkan dengan proses ultrasonikasi untuk mengubah grafit oksida menjadi *graphene* oksida, dan terakhir proses reduksi untuk mereduksi *graphene* oksida menjadi

*graphene*. Skema sintesis *graphene* diilustrasikan dalam **Gambar 2.14**.

Kelebihan mensintesis *graphene* dengan model ini, adalah *graphene* yang diperoleh bisa dalam jumlah yang banyak. Selain itu, peralatan yang digunakan tergolong mudah dan tidak terlalu susah dalam aplikasinya. Sedangkan kekurangan dari metode ini, adalah *graphene* yang dihasilkan cenderung mempunyai tingkat *defect* atau cacat yang tinggi, karena permukaan *graphene* berkali-kali bersentuhan langsung dengan senyawa kimia baik itu oksidator maupun reduktor, sehingga terdapat banyak *impurities* dan struktur yang tidak sempurna pada permukaan *graphene*. Selain itu, konduktivitas material yang dihasilkan juga sangat rendah.



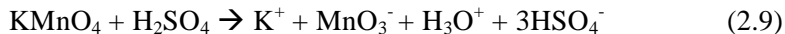
**Gambar 2.14** Diagram alir dari sintesis *graphene* diturunkan dari grafit oksida  
(Choi, dkk, 2012)

### Proses Oksidasi (Metode Hummers)

Proses oksidasi grafit menjadi grafit oksida dilakukan dengan menggunakan metode Hummer. Metode Hummer menggunakan larutan  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KMnO}_4$ , dan  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Produk oksidasi kemudian dimurnikan dengan pencucian 10%  $\text{HCl}$ , dan dilanjutkan dengan pencucian aquades (Tien, dkk, 2012).

Permanganate merupakan oksidan (*dihydroxylations*), berupa  $\text{Mn}_2\text{O}_7$ . Terbentuk minyak berwarna merah tua dari hasil reaksi  $\text{KMnO}_4$  dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Aktivasi Ion  $\text{MnO}_4^-$  yang sangat reaktif hanya terjadi pada kondisi asam sesuai persamaan 2.9 dan 2.10. Transformasi  $\text{MnO}_4^-$  menjadi bentuk yang lebih reaktif  $\text{Mn}_2\text{O}_7$  akan sangat membantu mengoksidasi grafit, tetapi bentuk bimetal dari permanganate oksida diketahui dapat meledak jika mengalami pemanasan melebihi  $55^\circ\text{C}$ . Tromel dan Russ telah

membuktikan kemampuan  $\text{Mn}_2\text{O}_7$  dalam memilih oksida berikatan rangkap alifatik lebih ikatan rangkap aromatik. Hal ini merupakan gambaran penting struktur grafit dan proses reaksi yang terjadi selama oksidasi (Dreyer, dkk, 2009).



Grafit dicampurkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada temperature 0 °C. Kemudian distirring dengan penambahan  $\text{KMnO}_4$  secara bertahap. Proses stirring harus dijaga pada temperature dibawah 35 °C selama 24 jam. Proses berikutnya adalah penambahan aquades pada campuran. Karena penambahan aquades pada  $\text{H}_2\text{SO}_4$  konsentrasi medium melepaskan sejumlah panas, maka temperaturnya harus dikontrol kurang dari 100 °C. 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  harus ditambahkan dalam campuran untuk mereduksi sisa  $\text{KMnO}_4$ . Ketika hidrogen peroksida ditambahkan maka terbentuk gelembung-gelembung dan warna larutan berubah menjadi kuning cerah. Selanjutnya untuk menghilangkan ion-ion dari aquades maka campuran harus dicuci dengan mengguakan HCl 5%. Produk campuran kemudian dikeringkan pada temperature 60 °C selama 24 jam (Wu, dkk, 2009).

Namun, produk Hummer biasanya adalah bagian intinya berupa grafit sedangkan bagian luarnya adalah oksida grafit (GO). Untuk mengatasi hal ini, maka perlu dilakukan perlakuan sebelum melakukan proses Hummer untuk meningkatkan derajat oksidasi. Metode pra-oksidasi ini pertama kali diperkenalkan oleh Kovtukhova (1999), Grafit dicampurkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  dan  $\text{P}_2\text{O}_5$  dijaga pada temperature 80 °C selama 6 jam. Hasil campuran kemudian dicuci dengan air dan dikeringkan. Selain dengan Pra-oksidasi, untuk menghasilkan produk GO yang sempurna metode Hummer juga dapat dimodifikasi dengan menambah jumlah potassium permanganat.



### Ultrasonikasi

Ultrasonikasi / sonikasi merupakan langkah penting yang menyediakan energi untuk mengelupaskan lembaran *graphene* dari grafit. Cara alternatif untuk mengelupaskan lembaran *graphene* adalah dengan memanaskan larutan yang mengandung grafit, tetapi cara ini tidak efektif dibandingkan dengan proses ultrasonikasi. Pada umumnya terdapat dua cara untuk mengaplikasikan ultrasonikasi pada larutan yang mengandung grafit yaitu *sonication bath* dan *tip sonication*. Pada *sonication bath*, daya ultrasonikasi yang ditransfer menuju tabung yang diisi pelarut dan grafit akan dipengaruhi oleh berapa banyak air yang ditempatkan pada wadahnya, apakah tabung menyentuh dasar wadah, dan lokasi tabung dalam wadah. Untuk hasil yang lebih baik, disarankan untuk menjaga tiga parameter dengan konsisten (Warner, dkk, 2013).

### Proses Reduksi

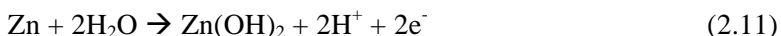
Reduksi GO pada dasarnya adalah untuk mencapai dua tujuan utama yaitu menghilangkan gugus fungsional dan mengembalikan cacat struktural. Penghilangan gugus fungsional harus memperhatikan dua efek apakah oksigen dapat dihilangkan dan apakah area yang sudah tereduksi dapat dikembalikan untuk struktur terkonjugasi ( $\pi$ ) secara jangka panjang. Sehingga terdapat alur untuk perpindahan muatan pembawa dalam lembaran GO. Untuk pengembalian cacat structural terdapat dua kemungkinan, grafitisasi pada temperature tinggi dan *epitaxial growth* atau CVD pada daerah cacat dengan penambahan suplai karbon (Pei, dkk, 2011).

Teknik reduksi Grafit oksida (GO) menjadi *Graphene* diklasifikasikan menjadi dua kelompok utama yaitu *Thermal reduction* dan *Chemical reduction*. Salah satu bentuk *Chemical reduction* adalah *Chemical Reagent Reduction*. Reduksi dengan bahan kimia biasanya dapat berlangsung pada temperature ruangan atau dengan pemanasan temperatur menengah. Hal ini menjadikan proses reduksi GO dapat dilakukan lebih efisien dari

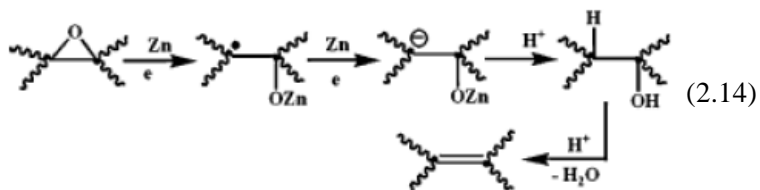
pada dengan proses Annealing yang membutuhkan temperature tinggi, sehingga proses reduksi kimia lebih murah, dapat dilakukan untuk produksi jumlah besar *graphene*.

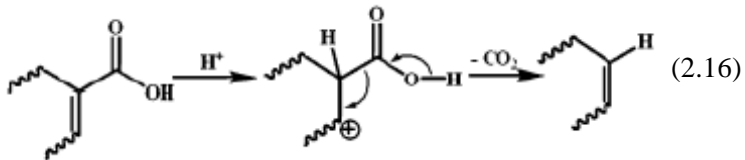
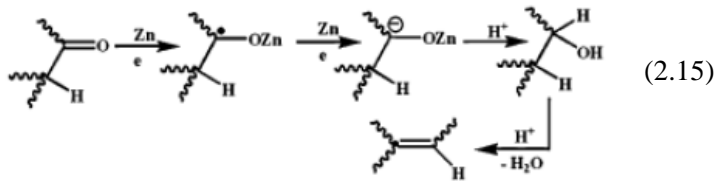
Stancovich, dkk (2007) pertama kali memperkenalkan hydrazine dan turunannya sebagai Pereaksi kimia yang biasa digunakan untuk reduksi GO. Penambahan hydrazine dalam larutan GO menyebabkan terbentuk aglomerasi lembaran *graphene* skala nano karena GO bersifat hidrofobik. Setelah proses *drying* (pengeringan) rasio C/O rGO adalah 12.5 dan memiliki konduktivitas listrik 99.6 S/cm. Seiring berjalannya waktu, penemuan pereaksi kimia untuk reduksi GO bermunculan, misalnya dengan menggunakan NaBH<sub>4</sub>, Hydroquinon, Vitamin C, dan HI.

Geng, dkk, (2012) menyebutkan dalam penelitiannya bahwa proses reduksi *graphene oxide* (GO) menggunakan serbuk Zn akan terjadi sesuai persamaan 2.11 – 2.13.



Dey dkk (2011) mencoba mereduksi GO dengan Zn sebagai *Chemica reduction agent*. Dalam penelitiannya, Dey dkk menjelaskan mekanisme reduksi GO seperti pada persamaan 2.14 – 2.16. Zn berperan sebagai pereduksi gugus fungsi oksigen pada kondisi asam dan restorasi ikatan  $\pi$  pada jaringan karbon.





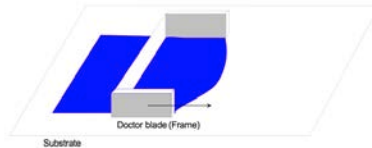
Persamaan 2.14 – 2.16 menjelaskan mekanisme reduksi kandungan oksigen pada struktur GO menggunakan Zn pada lingkungan asam. Selain itu juga mengembalikan konjugasi  $\pi$  pada struktur karbon. Deoksigenasi *epoxy* dapat disebabkan oleh berbagai logam misalnya Zn, Beberapa literatur menyatakan kombinasi Zn dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sangat efisien untuk deoksigenasi *epoxy* baik secara langsung maupun bertahap. Deoksigenasi bertahap dilanjutkan dengan pembentukan gugus *hydroxyl*. Disisi lain, gugus *carbonyl* direduksi menjadi alkohol oleh Zn pada lingkungan asam. Gugus *hydroxyl* dihasilkan oleh deoksigenasi *epoxy* dan reduksi *carbonyl* ketika dehidrasi pada kondisi asam untuk menghasilkan olefins. Metal sulfat diketahui bertindak sebagai katalisis alkohol. Dekarboksilasi gugus  $\text{COOH}$  dapat dikatalisis oleh asam.

## 2.7. Metode Dr. Blade

*Doctor blade* atau *tape casting* adalah salah satu teknik yang banyak digunakan untuk memproduksi *film* tipis pada area permukaan yang luas. *Tape casting* adalah proses yang relatif baru dimana dikembangkan pada tahun 1940an sebagai metode pembentukan lembaran tipis dari bahan piezoelektrik dan kapasitor dan sekarang diakui menjadi metode *coating* yang presisi. Dalam metode *doctor blade*, *slurry* yang tercampur terdiri dari suspensi partikel keramik bersama dengan zat aditif lainnya

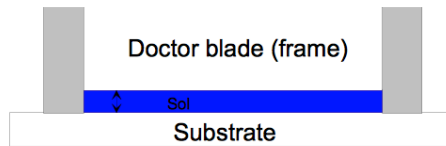
(seperti binder, dispersan, atau *plasticizer*) ditempatkan pada substrat luar *doctor blade*. Ketika gerakan konstan diberikan pada pisau dan substrat, *slurry* menyebar pada substrat untuk membentuk lembaran tipis yang menghasilkan lapisan *gel* pada pengeringannya. Metode *doctor blade* dapat beroperasi pada kecepatan hingga beberapa meter per menit dan sangat cocok untuk melapisi substrat dengan rentang yang sangat luas mulai dari 20 sampai beberapa ratus micron (Mennig & Aegerter, 2004).

Doctor blade (frame) adalah salah satu bagian dari metode pelapisan. Metode ini dapat digunakan dengan kombinasi reservoir. Lapisan ini dibentuk oleh pisau baik stasioner bila digunakan dengan *casting* yang bergerak, maupun dengan bingkai yang bergerak sepanjang permukaan *casting* yang stasioner. Prinsip metode ini ditunjukkan pada **Gambar 2.15** (Mennig & Aegerter, 2004).



**Gambar 2.15** Prinsip metode *doctor blade* menggunakan bingkai dengan reservoir cairan *coating* yang bergerak relatif ke substrat (Mennig & Aegerter, 2004)

Ketebalan lapisan diukur dengan menyesuaikan jarak antara pisau dan substrat seperti yang diilustrasikan pada **Gambar 2.16** (Mennig & Aegerter, 2004). Pada penelitian kali ini, digunakan metode *dr. blade* untuk membuat lapisan komposit laminat  $\text{TiO}_2$  dan *graphene* sebagai semikonduktor untuk DSSC.



**Gambar 2.16** Ketebalan lapisan diatur dengan jarak antara bingkai dan pisau  
(Mennig & Aegerter, 2004)

## 2.8. Proses Kalsinasi

Proses kalsinasi merupakan proses perlakuan panas yang diterapkan pada sebuah bahan yang bertujuan untuk dekomposisi termal, transisi fasa, dan penghapusan fraksi volatile, serta berfungsi untuk mengeliminasi senyawa yang berikatan secara kimia. Proses kalsinasi terjadi pada temperatur di bawah titik lebur bahan untuk menghilangkan kandungan bahan yang dapat menguap. Kalsinasi berperan dalam proses penghilangan air, karbon dioksida, atau gas lain. Kalsinasi berbeda dengan proses pemanggangan, dimana jika pada proses pemanggangan reaksi gas-solid lebih kompleks terjadi antara padatan dan atmosfer dari tungku.

Produk dari proses kalsinasi biasanya disebut secara umum sebagai kalsin. Kalsinasi diproses dalam sebuah tungku atau reaktor seperti *furnace*, *rotary kiln*, dan tungku perapian ganda. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, semakin besar ukuran partikel. Hal ini disebabkan karena proses kalsinasi akan menyebabkan reaksi zat padat, pengkristalan, dan terjadi peleburan, sehingga ikatan akan terlepas. Kalsinasi dilakukan pada suatu bahan untuk memutus ikatan molekul antar senyawa pada bahan tersebut (Wang, dkk, 2003).

## 2.9. Kajian Penelitian Sebelumnya

Pada penelitian sebelumnya mengenai *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC), *graphene* dan komposit *graphene-TiO<sub>2</sub>* dengan berbagai variasi telah dihasilkan beberapa data sebagai berikut:

### 2.9.1 Hasil Penelitian Sebelumnya Mengenai DSSC

Hasil penelitian sebelumnya mengenai DSSC akan ditunjukkan pada **Tabel 2.2** berikut ini,

**Tabel 2.2** Hasil penelitian sebelumnya mengenai DSSC

No	Peneliti	Variasi		Hasil
1.	Nadeak, dkk (2012)	<i>Dye</i>	Ekstrak Buah Naga	$V_{oc}=562\text{mV}$ $I_{sc}=0.307\text{mA/cm}^2$ $P_{max}=0.1725$ $\text{mW/cm}^2$ $\eta=0.0383\%$
		Fotoanoda	$\text{TiO}_2$	
		Temperatur Kalsinasi	$550^\circ\text{C}$	
		Waktu Tahan Kalsinasi	60 menit	
2.	Nafi, dkk (2013)	<i>Dye</i>	Ekstrak daging buah terung belanda	$V_{oc}=593.1\text{mV}$ $I_{sc}=0.356\text{mA/cm}^2$ $P_{max}=0.211$ $\text{mW/cm}^2$ $\eta=0.0469\%$
		Fotoanoda	$\text{TiO}_2$	
		Temperatur Kalsinasi	$650^\circ\text{C}$	
		Waktu Tahan Kalsinasi	60 menit	
4	Eriek, dkk (2015)	<i>Dye</i>	Ekstrak ketan hitam	0.0097%
		Fotoanoda	ZnO	

### 2.9.2 Hasil Penelitian Sebelumnya Mengenai *Graphene*

Hasil penelitian sebelumnya mengenai *graphene* akan ditunjukkan pada **Tabel 2.3** berikut ini,

**Tabel 2.3** Hasil penelitian sebelumnya mengenai *graphene*

No	Peneliti	Variasi		Hasil
1.	Junaidi, dkk, 2013	Waktu Ultrasonikasi	120 menit	Konduktivitas Elektrik = $0.0105 \text{ S cm}^{-1}$
		Kadar Zn	1.6 gr	
		Temperatur Hidrotermal	200 °C	
		Waktu Tahan Hidrotermal	12 jam	
2.	Lita, dkk (2013)	Waktu Ultrasonikasi	120 menit	Konduktivitas Elektrik = $0.10281 \text{ S cm}^{-1}$
		Kadar Zn	0.8 gr	
		Temperatur Hidrotermal	200°C	
		Waktu Tahan Hidrotermal	12 jam	
3.	Pradesar, dkk (2014)	Waktu Ultrasonikasi	120 menit	Konduktivitas Elektrik = $0.00021 \text{ S cm}^{-1}$
		Kadar Zn	1.6 gr	
		Temperatur Hidrotermal	200°C	
		Waktu Tahan Hidrotermal	12 jam	

### 2.9.3 Hasil Penelitian Sebelumnya Mengenai Fotoanoda Komposit *Graphene*-TiO<sub>2</sub>

Hasil penelitian sebelumnya mengenai komposit *graphene*-TiO<sub>2</sub> akan ditunjukkan pada **Tabel 2.4** berikut ini,

**Tabel 2.4** Hasil penelitian sebelumnya mengenai Komposit *Graphene*-TiO<sub>2</sub>

No	Peneliti	Variasi		Hasil
1.	Shu, dkk (2013)	Dye	N719	$V_{oc} = 674 \text{ mV}$ $J_{sc} = 12.16 \text{ mA/cm}^2$ $\eta = 5.5\%$
		Metode Fabrikasi	<i>Screen Printing</i>	
		Temperatur Kalsinasi	450 °C	
		Waktu Tahan Kalsinasi	30 menit	
2.	Menghua, dkk (2014)	Dye	N719	$V_{oc} = 753 \text{ mV}$ $J_{sc} = 10.07 \text{ mA/cm}^2$ $\eta = 4.28\%$
		Metode Fabrikasi	<i>Screen Printing</i>	
		Temperatur Kalsinasi	450 °C	
		Waktu Tahan Kalsinasi	60 menit	
		Dye	<i>Geranium sylvaticum</i>	$V_{oc} = 265.259$
		Metode Fabrikasi	<i>Spin Coating</i>	



5.	Pradana, dkk, (2015)	Struktur Komposit	10% <i>Graphene</i> - $\text{TiO}_2$	mV $I_{sc} = 0.01305 \text{ A}$ $\eta = 0.00532 \%$
		Temperatur Kalsinasi	450 °C	
		Waktu Tahan Kalsinasi	60 menit	
6.	Nugraha, dkk, (2015)	Dye	<i>Geranium sylvaticum</i>	$V_{oc} = 0.400 \text{ mV}$ $J_{sc} = 12.04 \text{ A/m}^2$ $\eta = 0.0241 \%$
		Metode Fabrikasi	<i>Spin Coating</i>	
		Struktur Komposit	$\text{TiO}_2 /$ <i>Graphene</i> / $\text{TiO}_2$	
		Temperatur Kalsinasi	450 °C	
		Waktu Tahan Kalsinasi	60 menit	



*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Bahan dan Alat Penelitian**

Bahan-bahan dan alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini agar berjalan dengan baik adalah seperti berikut:

##### **3.1.1. *Transparent Conductive Oxide (TCO) Glass***

Bahan:

1. Kaca Fluorine Tin Oxide (FTO) dimensi 2 cm x 2 cm x 0.11 cm dan Resistansi (R) 10  $\Omega$ /sg

##### **3.1.2. Lapisan Semikonduktor *Graphene*-TiO<sub>2</sub> nanokomposit**

###### **3.1.2.1. TiO<sub>2</sub>**

Bahan:

1. 3.5 gram bubuk TiO<sub>2</sub>
2. 15 ml etanol 99%

Alat:

1. Neraca digital *Mettler Toledo*
2. Furnace *Thermolyte*
3. *Hot plate* dengan *magnetic stirrer*
4. Pipet tetes
5. *Beaker glass* 25 ml
6. Gelas ukur 10 ml

###### **3.1.2.2. *Graphene***

Bahan:

1. Serbuk grafit dengan kemurnian 99% ukuran 150  $\mu$ m
2. Aquades (H<sub>2</sub>O)
3. Larutan elektrolit asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 98%
4. Es batu
5. Natrium nitrat (NaNO<sub>3</sub>)
6. Kalium permanganate (KMnO<sub>4</sub>)
7. Hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)
8. Asam klorida (HCl) 35%
9. Barium klorida (BaCl<sub>2</sub>)

## 10. Serbuk Zn

Alat:

1. Neraca analitik Mettler Toledo
2. Pipet
3. Spatula stainless steel
4. *Hot plate* dengan *magnetic stirrer*
5. Furnace *Thermolyte*
6. X-Ray Diffraction (XRD)
7. Scanning Electron Microscope (SEM)
8. *Autoclave*
9. Masker
10. Sarung tangan
11. Tabung *Erlenmeyer*
12. Wadah *ice bath*
13. *Centrifuge*
14. *Ultrasonic cleaner*
15. *Beaker glass* 1000ml

**3.1.3. Larutan Elektrolit**

Bahan:

1. 0.8 gr Kalium Iodida (KI)
2. 0.127 gr Iodida ( $I_2$ )
3. 10 ml Polietilena Glikol (PEG 400)

Alat:

1. Neraca digital *Mettler Toledo*
2. Spatula stainless steel
3. *Beaker glass* 25 ml
4. Gelas ukur 10 ml
5. Pipet tetes

**3.1.4. Katalis Counter Electrode**

Bahan:

1. Kaca *Fluorine doped Tin Oxide* (FTO)
2. Serbuk Pd/Au

Alat:

1. Mesin *Sputtering Quantacrome*

### **3.1.5. Larutan *Dye***

Bahan:

1. 13 gr ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*)
2. 21 ml ethanol
3. 25 ml aquades
4. 4 ml asam asetaik ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )

Alat:

1. Neraca digital *Mettler Toledo*
2. *Beaker glass* 25 ml
3. Cawan petri
4. Kertas saring
5. Mesin UV-VIS *Genesys 10S UV-VIS Spectrometer*

### **3.1.6. *Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)***

Bahan:

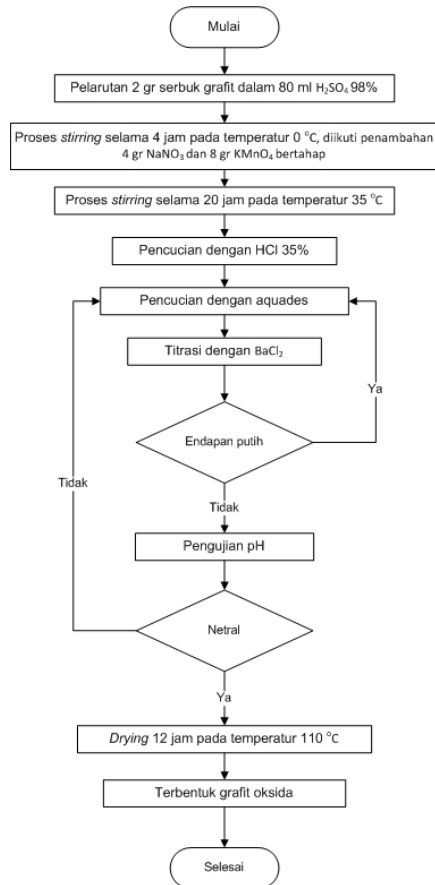
1. Kaca konduktif *Fluorine doped Tin Oxide* (FTO)
2. Lapisan Semikonduktor *Graphene-TiO<sub>2</sub>* nanokomposit
3. Larutan Elektrolit KI & I<sub>2</sub>
4. Katalis *Counter Electrode* FTO dilapisi dengan Pd/Au
5. Larutan *dye* ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*)
6. *Silicon Rubber*

Alat:

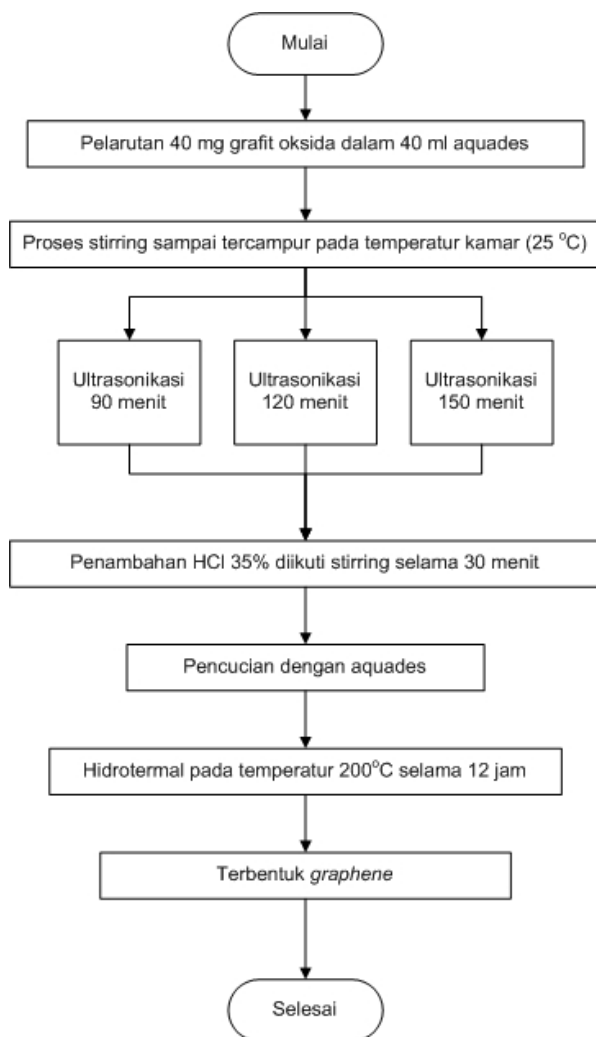
1. Selotip
2. Batang pengaduk
3. Furnace *Thermolyte*
4. Scanning Electron Microscope (SEM)
5. *I-V Keithley 2602A Instrument Sourcemeter* dan Lampu *Xenon*

## 3.2. Diagram Alir Penelitian

### 3.2.1. Diagram Alir Sintesis *Graphene*



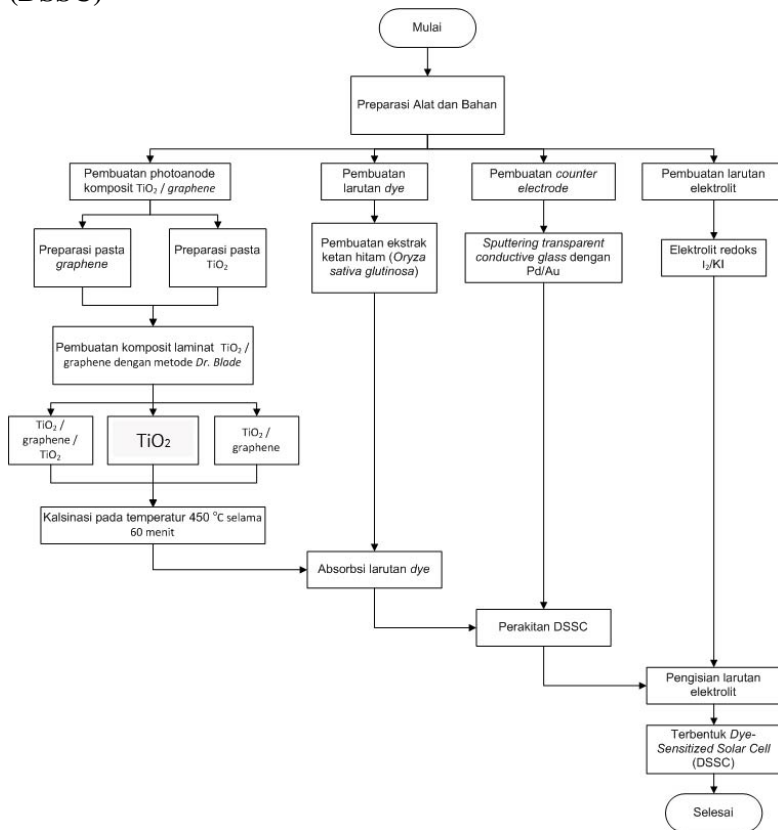
**Gambar 3.1** Diagram alir pembuatan grafit oksida



**Gambar 3.2** Diagram alir pembuatan *graphene*

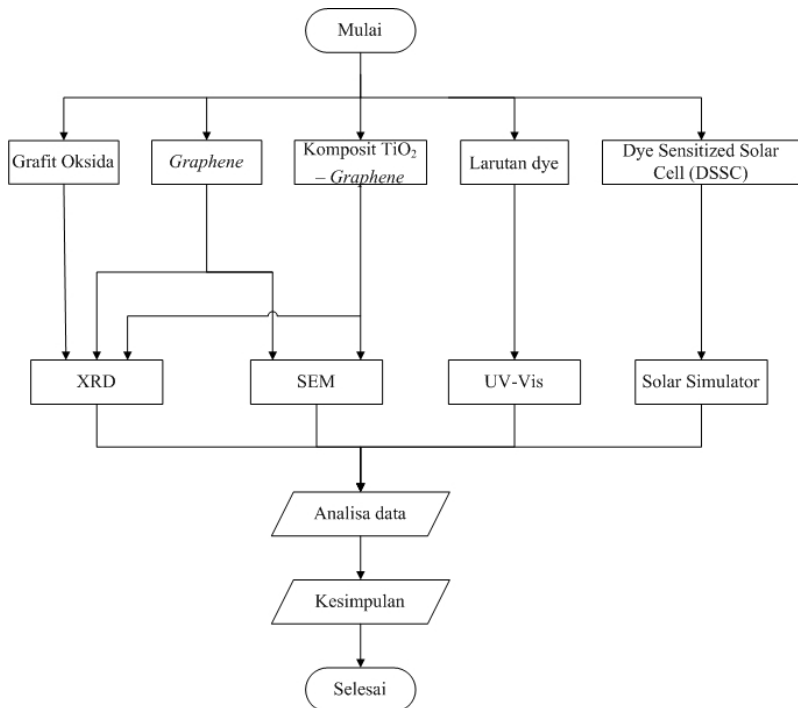


### 3.2.2. Diagram Alir Pembuatan *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC)



**Gambar 3.3** Diagram alir pembuatan Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC)

### 3.2.3. Diagram Alir Pengujian

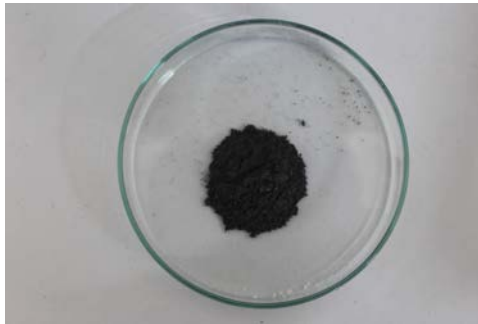


**Gambar 3.4** Diagram alir pengujian

### 3.3. Prosedur Penelitian

#### 3.3.1. Sintesis *Graphene*

Proses sintesis *graphene* pada penelitian ini melalui dua proses, yaitu sintesis grafit oksida dengan oksidasi grafit dan sintesis *graphene / reduced graphene oxide* dengan reduksi grafit oksida.

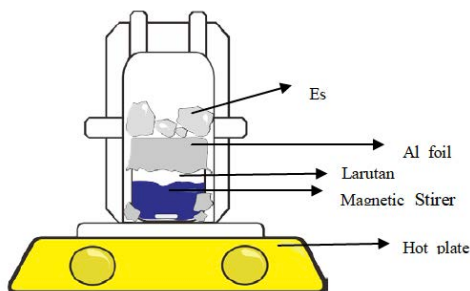


**Gambar 3.5** Serbuk grafit

##### 3.3.1.1. Sintesis Grafit Oksida

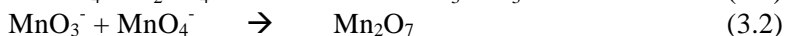
Metode Hummer adalah salah satu metode yang dipakai untuk sintesis grafit oksida. Proses dimulai dengan menimbang massa grafit sebesar 2 gram. Kemudian dilanjutkan mempersiapkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  98% sebanyak 98 ml. Selanjutnya, *ice bath* disiapkan, dengan menambahkan es batu pada sekeliling *glass beaker* 1000mL yang terlebih dahulu disiapkan di dalam suatu wadah. Grafit dimasukkan ke dalam *glass beaker*, kemudian dilanjutkan dengan penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Dilakukan proses *stirring* di atas *hot plate* selama 1 jam, dengan menjaga temperatur konstan 0 °C. *Set-up ice bath* diilustrasikan seperti

**Gambar 3.6.**



**Gambar 3.6** Skema *set-up ice bath*  
(Nurdiansah, dkk, 2014)

Kemudian, dilakukan penambahan  $\text{KMnO}_4$  sebanyak 8 gram dan  $\text{NaNO}_3$  sebanyak 4 gram secara bertahap selama 40 menit pada proses stirring. Penambahan ini dimaksudkan untuk mengoksidasi grafit menjadi grafit oksida. Kemudian stirring selama 2 jam. Pada saat penambahan, tampak terjadi perubahan warna larutan dari hitam mengkilat menjadi merah gelap dan sedikit kehijauan, dan juga pada permukaan es berubah menjadi warna pink, karena adanya uap  $\text{KMnO}_4$ . Reaksi yang terjadi digambarkan seperti dibawah ini,



Setelah stirring  $0^\circ\text{C}$  selama 2 jam, larutan dikeluarkan dari ice bath. Kemudian proses *stirring* dilanjutkan pada temperature  $35^\circ\text{C}$  selama 24 jam dan dilakukan penambahan aquades sebanyak 200 ml untuk mengurangi kepekatan larutan. Setelah itu, diperoleh bentuk larutan yang bertambah kental, dengan warna cokelat susu. Kemudian dilakukan penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% sebanyak 15 ml, sampai larutan berubah warna dari cokelat susu menjadi kuning. Reaksinya dapat ditulis sebagai berikut:



Selanjutnya, produk larutan kental berwarna kuning tersebut disaring, dan di *centrifuge* dengan kecepatan 3000 rpm selama 1 jam. Hasil dari *centrifuge*, terbentuk endapan kuning pada bagian bawah tabung, dan larutan bening pada bagian atas tabung. Larutan bening ini dibuang, dan endapan kuning nya diambil. Apabila masih ada kotoran berwarna putih disertai bercak hitam, maka bagian itu tidak diambil, karena itu merupakan sisa grafit yang masih belum sepenuhnya teroksidasi. Setelah itu dilanjutkan proses pencucian menggunakan 20 ml HCl 35% untuk menghilangkan ion-ion logam yang tersisa. Proses pencucian selanjutnya menggunakan aquades secara berkala untuk menetralkan pH. Untuk menguji apakah ion sulfat telah hilang dan pH netral dilakukan yitrasi dengan BaCl<sub>2</sub> 1M dan kertas lakmus.

Apabila sudah tidak terlihat endapan putih dan pH telah netral (mendekati 7) maka dilanjutkan dengan proses *drying*. Proses *drying* ini dilakukan pada wadah *crucible* alumina di dalam *muffle furnace* pada temperatur 110 °C selama 12 jam untuk memperoleh grafit oksida yang berbentuk lembaran.



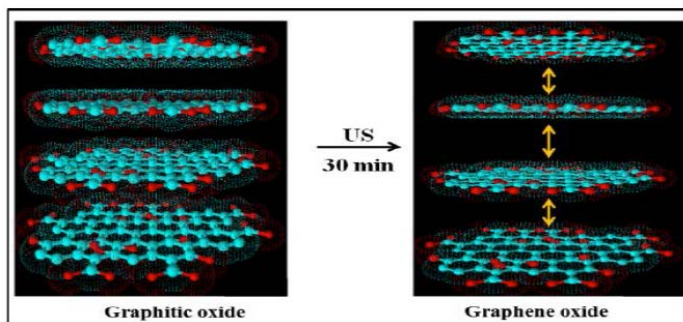
**Gambar 3.7** Lembaran grafit oksida

### 3.3.1.2. Reduksi Menjadi *Graphene* / *Reduced Graphene Oxide*

*Graphene* disintesis dengan cara mereduksi grafit oksida menjadi *graphene* oksida, kemudian dilanjutkan dengan

mereduksi *graphene* oksida menjadi *graphene* (*Reduced Graphene Oxide/rGO*). Pembuatan *graphene* oksida dimulai dengan cara melarutkan 40 mg grafit oksida ke dalam 40 ml aquades, kemudian di *stirring* sampai larutan menjadi homogen.

Setelah itu, dilakukan proses ultrasonikasi dengan berbagai variasi waktu ultrasonikasi, yaitu 90, 120, dan 150 menit. Mekanisme ultrasonikasi ini dapat di ilustrasikan pada **Gambar 3.8**.

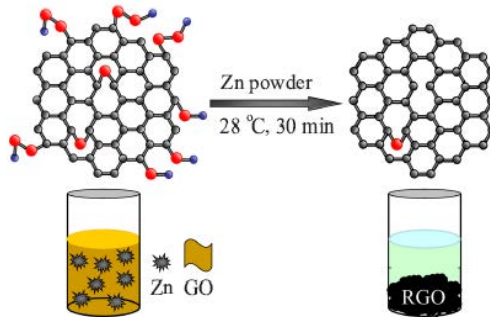


**Gambar 3.8** Mekanisme terbentuknya *graphene* oksida dari grafit oksida melalui proses ultrasonikasi (Konios, dkk, 2014)

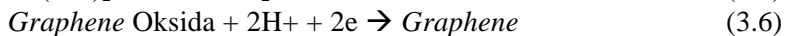
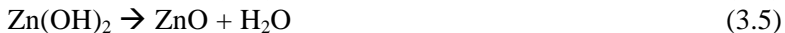
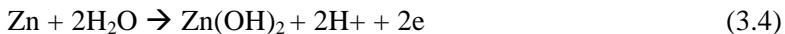
Setelah proses ultrasonikasi, maka terbentuk endapan hitam yang disebut *graphene* oksida. Selanjutnya, *graphene* oksida di reduksi dengan menggunakan serbuk *Zinc* untuk memperoleh *graphene* yang murni. Proses ini dilakukan dengan menambahkan 10 ml HCl (35%) ke dalam larutan *graphene* oksida, dalam kondisi *non-stirring*.

Kemudian dilanjutkan dengan penambahan serbuk Zn sebesar 1.6 gram. Ketika penambahan Zn, akan terbentuk ledakan-ledakan kecil gelembung pada permukaan larutan di sertai dengan peningkatan temperatur. Akan nampak terlihat pada endapan keluar gelembung yang konstan, yang menandakan terjadinya peristiwa reduksi. Endapan semakin lama akan bergerak mengumpul pada permukaan atas larutan. Kita harus membiarkan peristiwa ini sampai selesai, ditandai dengan tak ada

lagi gelembung yang keluar dari endapan, dan seluruh endapan telah naik ke permukaan larutan. Reaksi yang terjadi pada saat penambahan Zn dapat digambarkan sebagai berikut (**Gambar 3.9**). Reaksi kimia yang terjadi ditunjukkan pada persamaan dibawah ini.



**Gambar 3.9** Skema reaksi reduksi *graphene* oksida menjadi *graphene/rGO*  
(Geng, dkk, 2012)



Dilakukan proses *stirring* 30 menit untuk homogenisasi larutan. Setelah itu, dilakukan penambahan HCl (35%) untuk kedua kalinya, sebanyak 10 ml. Proses penambahan ini bertujuan untuk menghilangkan sisa Zn yang masih ada di larutan. Hasilnya berupa endapan hitam.

Selanjutnya adalah proses pencucian dimana pencucian pertama menggunakan HCl 5%, dengan tujuan untuk menghilangkan sisa ion logam. Kemudian dilanjutkan pencucian dengan menggunakan aquades beberapa kali. Setelah didapatkan pH netral (mendekati 7), endapan dimasukkan *autoclave* untuk

dilakukan proses hidrotermal di dalam *muffle furnace* dengan temperatur 160 °C selama 12 jam.

Hasil dari proses hidrotermal adalah berupa lembaran ataupun serbuk *graphene* berwarna hitam, yang tidak terlalu mengkilat apabila dibandingkan dengan lembaran grafit oksida.



**Gambar 3.10** Serbuk *graphene*

### 3.3.2. Preparasi Fotoanoda

Layer foto anoda yang digunakan terdiri dari 2 lapisan pasta yaitu pasta semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dan pasta *graphene*. Pembuatan pasta  $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan melarutkan 3,5 gram  $\text{TiO}_2$  dengan 15 ml ethanol di dalam *beaker glass*. Campuran ini diaduk dalam *magnetic stirrer* hingga merata dan terbentuk pasta  $\text{TiO}_2$ .

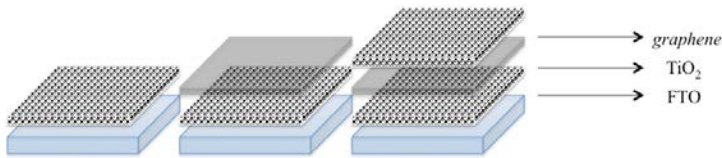
Selanjutnya, pembuatan pasta *graphene* dilakukan dengan melarutkan 6 mg *graphene* dengan 3 ml aquades di dalam *test tube* kemudian distirring hingga membentuk pasta dengan *graphene* yang halus dan homogen.

### 3.3.3. Pembuatan Layer Fotoanoda Komposit $\text{TiO}_2$ -*graphene*

Pendeposisian pasta  $\text{TiO}_2$  dan *graphene* dilakukan dengan menyiapkan kaca FTO yang telah dicuci bersih dengan direndamkan ke dalam *ultrasonic bath* yang mengandung *acetone* selama 10 menit, setelah itu direndamkan ke dalam aquades dan ethanol, setelah itu dikeringkan (Zhang, dkk, 2014)



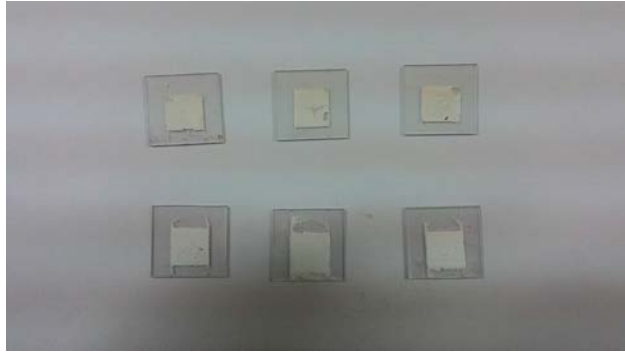
Pasta  $\text{TiO}_2$  dan *graphene* didesposisikan dengan susunan komposit laminat yang berbeda diatas area yang telah dibuat pada kaca FTO dengan metoda *doctor blade* yaitu dengan bantuan batang pengaduk untuk meratakan pasta. Berikut adalah susunan lapisan komposit laminat yang akan didesposisikan pada kaca FTO (**Gambar 3.11**).



**Gambar 3.11** Susunan komposit laminat (kiri ke kanan)  
 $\text{TiO}_2$ , TGT, dan TG

Setelah 1 layer film  $\text{TiO}_2$  atau *graphene* telah dideposisikan, film tersebut dibiarkan pada suhu ruangan selama 10 menit dan dikeringkan di atas hotplate pada temperature 80C. Hal dilakukan agar pelarut dapat menguap sehingga membuat lapisan tersebut kering agar dapat dilakukan proses deposisi layer selanjutnya.

Setelah itu, proses tersebut diulangi untuk mendeposisikan lapisan kedua dan ketiga. Setelah semua layer fotoanoda terdeposisi pada FTO, layer tersebut di kalsinasi untuk kedua kalinya di dalam furnace pada parameter temperature dan waktu *holding* yang sama. Kalsinasi dilakukan untuk menghilangkan pengotor dan pelarut yang ada pada lapisan, sehingga didapatkan lapisan yang kering dengan butir-butir yang rapat.



**Gambar 3.12** Hasil layer fotoanoda yang telah dikalsinasi

### 3.3.4. Preparasi Larutan Elektrolit

Pengerjaan larutan elektrolit dilakukan dengan cara melarutkan campuran antara 0.8 gr KI 0.5 M (*Pottassium Iodide*) ke dalam larutan Polietilena glikol/ PEG 400 sebanyak 10 ml, kemudian diaduk secara merata. Selanjutnya, ditambahkan 0.127 gr  $I_2$  (*Iodine*) ke dalam larutan tersebut sampai ketiga bahan tersebut terlarut dengan sempurna. Kemudian simpan dalam botol tertutup.

### 3.3.5. Preparasi Larutan Dye Ekstrak Ketan Hitam (*Oryza sativa glutinosa*)

Untuk membuat larutan dye diperoleh dari ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) dengan konsentrasi 13:50 antara bahan dye dengan pelarut. Sebelum dilakukan ekstraksi, terlebih dahulu Ketan Hitam (*Oryza sativa glutinosa*) dihaluskan dengan blender sampai halus. Setelah halus, masing-masing ditambahkan 21 ml ethanol, 4 ml asam asetat ( $CH_3COOH$ ), dan 25 ml aquades lalu diaduk sampai rata. Kemudian diamkan selama 24 jam untuk mendapatkan hasil ekstraksi yang maksimal. Setelah didiamkan selama 24 jam, lalu disaring dengan menggunakan kertas saring untuk mendapatkan larutan *dye*-nya.



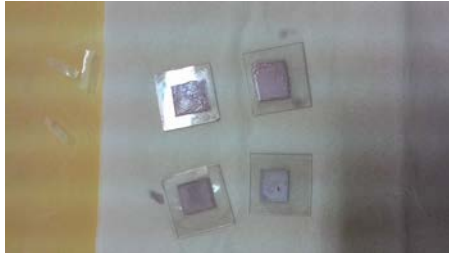
**Gambar 3.13** (Dari kiri ke kanan) serbuk ketan hitam yang sudah diblender, larutan ketan hitam yang didiamkan selama 24 jam, dan ekstrak ketan hitam yang sudah disaring

### 3.3.6. Preparasi Katalis *Counter Electrode*

Digunakan *coating* Pd/Au pada permukaan kaca konduktif FTO yang di-*sputtering* dengan mesin *coating* untuk didapatkan penyebaran yang merata. Proses *sputtering* Pd/Au pada kaca konduktif FTO dilakukan selama 90 menit.

### 3.3.7. Sensitasi Layer Fotoanoda

Untuk sensitisasi *layer* fotoanoda terhadap larutan *dye* ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) dilakukan dengan memanaskan *dye* sampai 80 °C, lalu dilakukan perendaman *layer* fotoanoda yang sudah dikalsinasi ke dalam *dye* sehingga larutan *dye* dapat menyerap sempurna. Setelah itu *layer* semikonduktor yang telah disensitisasi dibilas dengan aquades dan *ethanol* dan dikeringkan dengan kertas *tissue*.



**Gambar 3.14** Fotoanoda yang sudah tersensitasi

### 3.3.9. Perakitan *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC)

Berikut adalah langkah-langkah perakitan *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC):

1. Sebuah *Transparent Conductive Oxide* layer oksida dan sebuah *counter* elektroda Pd/Au ditumpuk dengan permukaan yang saling berhadapan. Kemudian, *Transparent Conductive Oxide* disusun membentuk sebuah struktur *sandwich*. Struktur *sandwich* yang dibuat harus dipastikan tidak ada air dan udara yang terperangkap dalam *prototipe Dye Sensitized Solar Cell*.
2. Diberikan *offset* pada bagian ujung dari masing-masing elektroda sebesar 0.5 cm untuk kontak elektrik.
3. Diberikan jarak/*spacer* sebesar 100  $\mu\text{m}$  antara lapisan semikonduktor dan *counter electrode* menggunakan *silicon rubber* untuk meningkatkan performa DSSC (Sebastian. 2014)
4. Kedua bagian pinggir sel DSSC yang tidak diberi *offset* dipasang dengan *silicon rubber* dan dijepit dengan penjepit kertas agar *prototype* melekat sempurna.
5. Kemudian ditetaskan 2 – 3 tetes larutan elektrolit triiodide pada *spacer* dari kedua ujung *offset prototype Dye Sensitized Solar Cell*. Gaya kapilaritas akan menyerap larutan elektrolit ke dalam *layer* oksida. Pastikan larutan elektrolit menyerap sempurna ke seluruh *layer* oksida.
6. *Prototipe* DSSC sudah siap untuk diuji kelistrikannya.



**Gambar 3.15** *Prototype DSSC yang sudah dirakit*

### 3.4. Pengujian

#### 3.4.1. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Mikroskop elektron merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relatif masing-masing) menggunakan EDS (*Energy Dispersive X-Ray analysis*).

Berbagai macam sampel dapat diamati menggunakan SEM, misalnya logam, keramik plastic, debu, dan sebagainya. Sampel yang digunakan merupakan material bersifat konduktif, apabila tidak konduktif maka harus dikonduktifkan dengan *carbon tape*. Kualitas gambar yang dihasilkan memiliki perbesaran 100.000 kali. Dengan kata lain, resolusi SEM saat ini mencapai 1.5nm pada 30kV.

Pada penelitian ini, digunakan SEM untuk menganalisa morfologi dari *graphene* dan laminat komposit *graphene-TiO<sub>2</sub>*, serta penampang melintang dari *Dye Sensitized Solar Cell*.

#### 3.4.2. *X-Ray Diffraction (XRD)*

*X-Ray Diffraction* (Philips Analytical) merupakan analisis teknik untuk mengamati hamburan sinar-x dari material kristalin. Setiap material menghasilkan sinar-x karakteristik. Intensitas sinar dan besar sudut hamburan menggambarkan struktur atom

kristalin. Untuk mengetahui struktur kristal yang sesuai, data dan grafik hasil pengujian XRD dicocokkan dengan menggunakan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*).

Seluruh sampel substrat dianalisis dengan menggunakan alat XRD PANalytical seperti yang ditunjukkan pada dan dicocokkan dengan *Joint Committee of Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Pengujian ini menggunakan alat X-Ray Diffraction (XRD) Panalytical dengan sudut difraksi sinar X antara  $5^{\circ}$ -  $90^{\circ}$  (scan lambat) dan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar  $1.5406 \text{ \AA}$ . Pada penelitian ini, digunakan XRD untuk menganalisa dan mengklarifikasi senyawa yang terkandung pada material *graphene* dan laminat komposit *graphene-TiO<sub>2</sub>*.

Karakterisasi material menggunakan XRD menghasilkan beberapa data seperti pada **Tabel 3.1**.

**Tabel 3.1** Informasi yang terkandung dalam karakter tinggi, posisi, serta lebar dan bentuk puncak difraksi (Pratapa, 2004).

Karakter	Informasi dari material
Posisi puncak ( $2\theta$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Identifikasi fasa kristal</li> <li>• Struktur kristal</li> <li>• Parameter kisi</li> <li>• Regangan seragam</li> </ul>
Tinggi puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Identifikasi</li> <li>• Komposisi</li> <li>• Hamburan tak koheren</li> <li>• Extinction</li> <li>• Preferred-orientation</li> </ul>
Lebar dan bentuk puncak	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ukuran kristal (bukan partikel atau <i>grain</i>)</li> <li>• Distribusi ukuran</li> </ul>

### 3.4.3. Spektrofotometer UV-VIS

Pengujian UV-VIS dilakukan dengan menggunakan sinar tampak atau sinar ultraviolet yang dapat mengakibatkan eksitasi elektron dalam orbital molekul larutan dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Cahaya yang mengenai larutan pada pengujian spektrofotometer UV-VIS akan diteruskan (transmisi) dan akan diserap (absorpsi). Pengujian ini dimaksudkan untuk mengetahui absorbansi (daya serap) dari larutan *dye* yang digunakan dalam DSSC.

Persentase nilai transmisi yang dihasilkan akan berbanding terbalik dengan nilai absorbansi yang dimiliki suatu larutan. Nilai persentase transmisi yang rendah akan menghasilkan nilai absorbansi yang tinggi. Hal ini dikarenakan radiasi energi yang ditembakkan akan diserap oleh larutan yang kemudian diabsorpsi dan mengakibatkan perubahan di dalam molekul larutan tersebut. Nilai absorbansi suatu larutan akan bertambah apabila terjadi pengurangan radiasi energi yang dihasilkan, dengan kata lain nilai absorbansi berbanding lurus terhadap ketebalan konsentrasi larutan.

Radiasi maksimal yang diserap oleh larutan tersebut akan ditunjukkan pada panjang gelombang tertinggi dari nilai absorbansi maksimum dan persentase nilai transmisi minimum yang dihasilkan larutan tersebut.

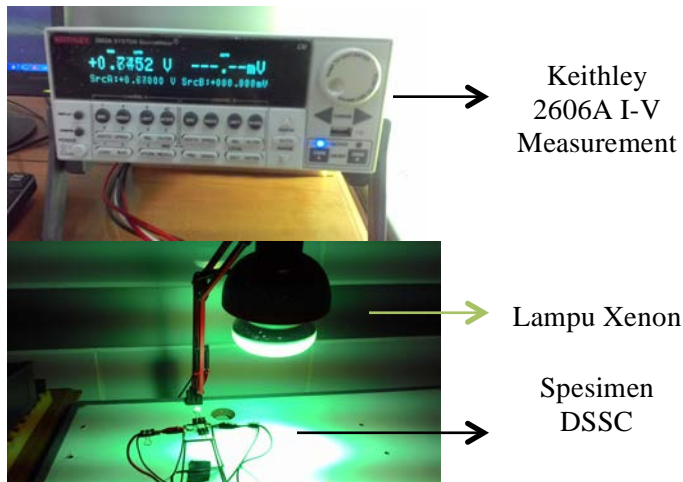
Pada penelitian ini, digunakan *Genesys 10S UV-Vis Spectrophotometer* dengan lampu Xenon sebagai sumber cahaya yang dapat memancarkan gelombang 190 nm sampai 1100 nm untuk menganalisa intensitas cahaya yang diserap pada larutan *dye* ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) pada panjang gelombang cahaya mulai dari 200 nm sampai 800 nm dengan rentang 1 nm.

### 3.4.4. Uji Kelistrikan

Pengujian kelistrikan pada prototipe *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) menggunakan alat *Keithley 2606A I-V Measurement*. *Keithley 2606A I-V Measurement* akan mengukur

jumlah arus dan besarnya tegangan yang dapat diantarkan pada sebuah *prototipe Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC), sehingga diperoleh nilai efisiensi paling tinggi dari *prototipe Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC).

Pengujian dilakukan dengan mengukur arus dan tegangan yang muncul pada DSSC ketika disinari cahaya yang bersumber dari lampu Xenon berintensitas  $200 \text{ W/m}^2$ .



**Gambar 3.16** Mesin Solar Simulator Keithley 2606A I-V Measurement (atas) dan pengujian prototype DSSC menggunakan lampu Xenon berintensitas  $200 \text{ W/m}^2$  (bawah)

Sebelum pengujian dilakukan, terlebih dahulu dilakukan metode kalibrasi dengan cara mengukur tegangan dan arus yang muncul pada DSSC tanpa adanya cahaya (*dark*). Hasil yang ideal untuk *dark* adalah ketika kurva plot hubungan antara arus ( $I$ ) dan tegangan ( $V$ ) berpotongan dengan titik  $(0,0)$ , pada koordinat kurva dengan sumbu-x adalah tegangan (dalam satuan Volt) dan sumbu-y adalah arus (dalam satuan Ampere). Setelah itu dicari  $I_{sc}$  dan  $V_{oc}$  untuk membuat kurva I-V positif.



Untuk menghitung besarnya *Fill Factor* (FF) dan efisiensi *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) dapat digunakan persamaan yang digunakan oleh Chang, dkk (2010) yang ditunjukkan pada Persamaan (2.1), Persamaan (2.2), dan Persamaan (2.3).

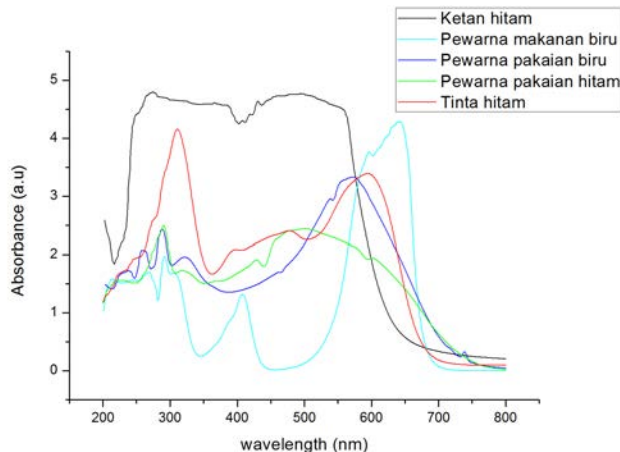
## BAB IV

### ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. Pengujian UV-Vis spektrofotometer

Absorbansi dari beberapa larutan dye sintetis dan natural yang diencerkan menggunakan campuran ethanol atau aquades yang diukur menggunakan UV-Vis spektrofotometer ditunjukkan pada **Gambar 4.1**. Dye pewarna pakaian biru, pewarna makanan biru, dan pewarna pakaian hitam disintesa menggunakan pelarut aquades, sedangkan ketan hitam disintesa menggunakan campuran ethanol, aquades, dan asam asetat.

Dalam pemilihan *dye* yang optimal, salah satu pertimbangan utamanya adalah kemampuan absorbansi dye terhadap gelombang cahaya. Cahaya yang dimaksud adalah cahaya tampak dimana mempunyai rentang panjang gelombang 380 – 700 nm.



**Gambar 4.1** Grafik spektrum absorbansi dari berbagai macam dye

**Tabel 4.1** Perbandingan nilai absorbansi maksimum

Dye	Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
Pewarna pakaian biru	573	3.33
Pewarna makanan biru	642	4.29
Pewarna pakaian hitam	501	2.44
Tinta hitam	594	3.39
Ketan hitam ( <i>Oryza sativa glutinosa</i> )	494	4.77

Dari hasil pengujian UV-Vis spektrofotometer (**Tabel 4.1**) terlihat bahwa panjang gelombang dan nilai absorbansi tertinggi dimiliki oleh dye ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) yaitu sebesar 4.77 pada panjang gelombang 494 nm. Hal ini membuat dye ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) mempunyai potensial sebagai dye yang paling optimal diantara kandidat dye lainnya.

**Tabel 4.2** Nilai absorbansi ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*)

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi	Spektrum Warna
384	4.57	Ungu
494	4.77	Biru

Grafik spektrum absorbansi dye ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) pada **Gambar 4.1**, terlihat rentang kurva yang

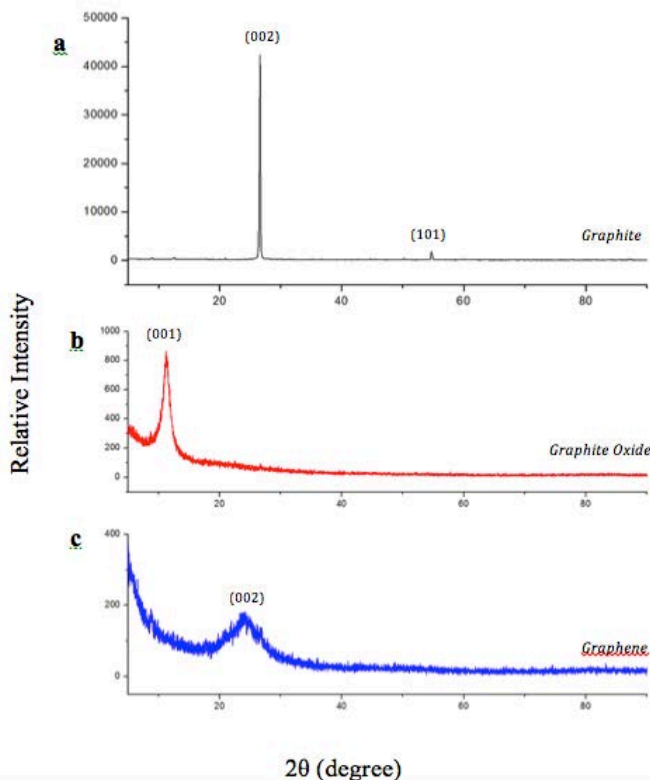
cukup lebar dengan absorbansi diatas 4.00 dengan 2 puncak absorbansi (**Tabel 4.2**), setelah itu mulai menurun drastis pada panjang gelombang 560 nm. Hal ini menunjukkan bahwa nilai absorbansi cahaya tampak (*visible light*) pada dye mencapai nilai optimal dan stabil pada rentang panjang gelombang 380 sampai 560 nm. Dari data tersebut dapat dinyatakan bahwa dye ekstrak ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) mempunyai kemampuan untuk menyerap cahaya dengan baik pada spektrum warna mulai dari ungu, biru, sampai hijau.

Selain itu, keberadaan anthocyanin sebagai komposisi utama dalam *dye* natural yang terdapat pada ketan hitam (*Oryza sativa glutinosa*) dapat dibuktikan dengan melihat absorbansi dan panjang gelombangnya. Dikatakan bahwa pada larutan asam, *anthocyanin* terlihat dengan absorbansi yang tinggi pada rentang panjang gelombang ~520nm (Cherepy, dkk, 1997).

Nilai absorbansi maksimum yang dihasilkan dari dye ekstrak ketan hitam lebih tinggi dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Nadeak (2012), Nafi' (2013), dan Nugraha (2015) yang menggunakan secara berturut-turut dye ekstrak daging buah naga (*Hylocereus Undatus*) dengan absorbansi maksimum 3.30, dye ekstrak buah terung belanda (*Solanum betaceum*) dengan absorbansi maksimum 3.72, dan dye ekstrak bunga geranium (*Geranium sylvaticum*) dengan absorbansi maksimum 4.54. Namun Dapat disimpulkan bahwa dye ekstrak ketan hitam merupakan dye yang paling optimal dan dapat digunakan sebagai *dye sensitizer* pada penelitian ini.

#### 4.2. Pengujian X-Ray Diffractometry (XRD)

Pengujian XRD yang dilakukan untuk mengamati struktur grafit, grafit oksida, *graphene*, serta laminat komposit TiO<sub>2</sub> – *graphene* sebagai foto anoda DSSC. **Gambar 4.2** menunjukkan perbedaan hasil XRD antara grafit, grafit oksida, dan *graphene*.



**Gambar 4.2** Pola XRD grafit, grafit oksida, dan *graphene* ultrasonikasi 120 menit

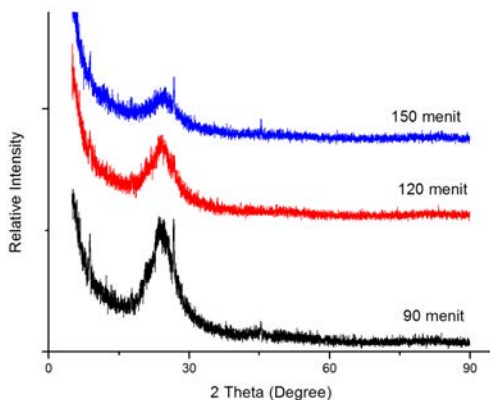
**Tabel 4.3** Hasil perhitungan peak pada grafit, grafit oksida, dan *graphene*

Sampel	$2\theta$ ( $^\circ$ )	FWHM	$d$ -spacing ( $\text{\AA}$ )
Grafit	26.63	0.184	3.35
Grafit oksida	11.27	0.535	7.85
<i>Graphene</i>	24.33	0.803	3.65

Dari gambar di atas dapat diketahui bahwa grafit mempunyai peak (002) yang sangat tajam, dimana menunjukkan bahwa sifat kristalinitas grafit sangat bagus, pada posisi  $2\theta = 26.63^\circ$ , dan peak (101) yang lemah pada posisi  $54.70^\circ$ , serta  $8.93^\circ$  sesuai dengan (ICDD 03-065-6212). Saat proses oksidasi pada grafit selesai dilakukan, terbentuk grafit oksida dengan peak (001) pada posisi  $11.27^\circ$  sementara peak (002) dan (004) menghilang. Peak yang terbentuk pada grafit oksida cukup tajam namun intensitasnya lebih rendah daripada peak (002) yang ada pada grafit. Kemudian setelah proses reduksi selesai dilakukan, terbentuk *graphene* dengan peak (002) dimana mempunyai profil peak yang lebar pada posisi  $\sim 23-24^\circ$  sementara peak (001) menghilang. Pola XRD grafit oksida dan *graphene* terlihat sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Zhang, dkk (2013) pada **Gambar 2.11**. Namun, peak yang terbentuk pada *graphene* mempunyai intensitas yang sangat rendah dibanding dengan grafit oksida dan cenderung bersifat amorf.

**Tabel 4.2** menunjukkan bahwa terjadi peningkatan jarak antar layer dari grafit ke grafit oksida. Hal ini terjadi akibat terbentuknya gugus fungsional oksigen dan peningkatan kadar air di lapisan grafit oksida karena adanya proses oksidasi. Kemudian pada *graphene*, nilai jarak antar layer menurun mendekati nilai dari grafit dimana mengindikasikan hilangnya gugus fungsional oksigen dan air dikarenakan proses oksidasi, sehingga diperoleh struktur *graphene* yang hanya berisi atom karbon, sebagaimana halnya grafit. Tetapi, nilai jarak antar layer masih lebih besar daripada grafit yang mengindikasikan bahwa masih ada sedikit gugus fungsional yang tersisa.

Perbandingan hasil pola XRD dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi waktu ultrasonikasi terhadap karakterisasi *graphene* seperti pada **Gambar 4.3** dan **Tabel 4.4**. Berdasarkan **Gambar 4.3**, dapat dilihat dengan waktu ultrasonikasi yang semakin lama menghasilkan pola hasil XRD yang sedikit berbeda dimana terdapat pergeseran dan intensitas peak (002).



**Gambar 4.3** Perbandingan pola hasil XRD *graphene* dengan variasi waktu ultrasonikasi

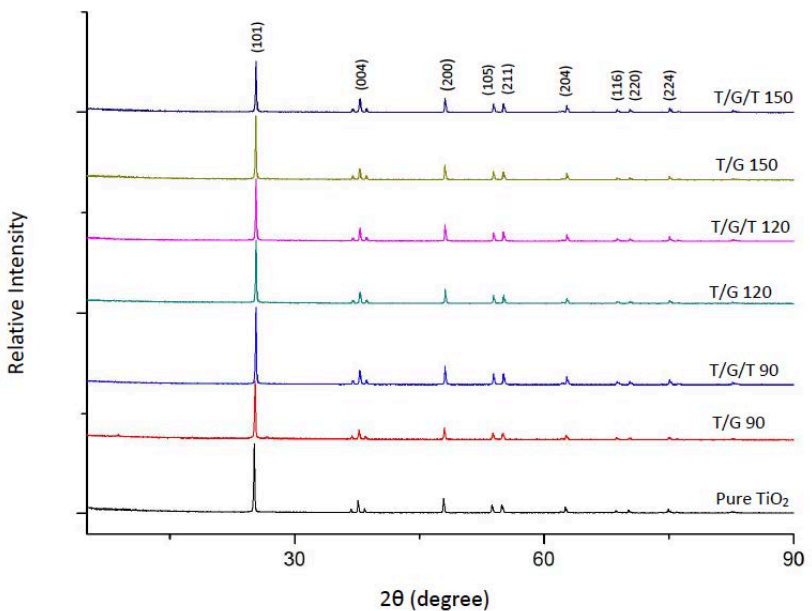
**Tabel 4.4** Perbandingan posisi  $2\theta$ ,  $d$ -spacing, dan intensitas terhadap variasi ultrasonikasi pada peak (002)

Waktu ultrasonikasi (menit)	$2\theta$ ( $^{\circ}$ )	$d$ -spacing ( $\text{\AA}$ )	Intensitas
90	23.57	3.77	280
120	24.32	3.65	181
150	24.89	3.57	123

Hasil XRD *graphene* dengan perubahan waktu ultrasonikasi 90 menit, 120 menit, dan 150 menit memiliki  $d$ -spacing dengan rentang  $\sim 3.5$ - $3.7$   $\text{\AA}$  dengan posisi peak  $2\theta$   $\sim 23$ - $24^{\circ}$ . Hal ini membuktikan bahwa grafit oksida telah berhasil tereduksi menjadi *graphene*. Seiring dengan penambahan waktu ultrasonikasi, posisi  $2\theta$  pada peak (002) bergeser sehingga jarak antar layer menjadi lebih kecil. *Graphene* dengan waktu ultrasonikasi 90 menit memiliki jarak antar layer yang paling besar dan *graphene* dengan waktu ultrasonikasi 150 menit

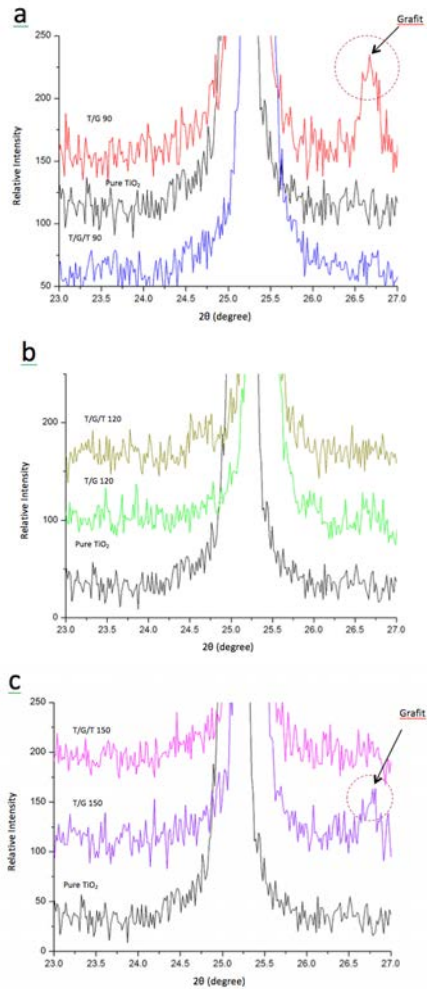
memiliki jarak antar layer yang paling kecil. Namun pada waktu ultrasonikasi 90 menit dan 150 menit masih terdapat peak grafit  $\sim 26.7^\circ$  dan  $\sim 8^\circ$ ). Adanya peak grafit menandakan bahwa proses oksidasi dari grafit menjadi grafit oksida tidak sempurna (Pradesar, dkk, 2014).

Dilakukan pengujian XRD pada variasi susunan komposit laminat pada fotoanoda DSSC. Berikut adalah hasil pengujian XRD pada lapisan fotoanoda:



**Gambar 4.4** Perbandingan pola XRD pada variasi susunan komposit laminat fotoanoda





**Gambar 4.5** Perbandingan pola XRD posisi  $2\theta$  antara  $23^\circ$  sampai  $27^\circ$   $\text{TiO}_2$  murni dengan variasi komposit laminat menggunakan *graphene* dengan waktu ultrasonikasi **a.** 90 menit, **b.** 120 menit, **c.** 150 menit

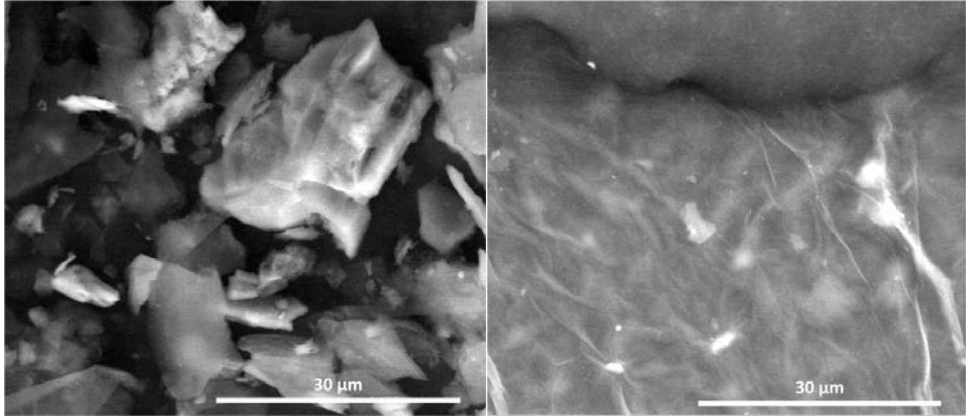
Pola XRD yang dihasilkan oleh  $\text{TiO}_2$  dan komposit  $\text{TiO}_2$  pada **gambar 4.5** membentuk fase anatase dimana mempunyai bidang- bidang kristal sesuai dengan standar (ICDD 01-070-7348). Hal ini dibuktikan dengan terdapat kesesuaian salah satu nya pada puncak tertinggi dengan posisi  $2\theta$  sekitar  $25^\circ$ .

Pada **Gambar 4.4**, terlihat bahwa  $\text{TiO}_2$  murni memiliki kristalinitas yang tinggi pada puncak  $25.15^\circ$  dilihat dari intensitasnya. Pada komposit laminat  $\text{TiO}_2$  *graphene*, fase anatase murni yang terbentuk cenderung menurun dilihat dari intensitas yang terdapat pada peak tertinggi. Hal ini dikarenakan  $\text{TiO}_2$  sudah dikompositkan dengan *graphene*.

Pada **Gambar 4.5** terdapat perbedaan pada pemotongan pola XRD pada posisi  $2\theta$   $23^\circ$  sampai  $27^\circ$  dari variasi susunan komposit laminat fotoanoda yaitu pada komposit TG 90 dan TG 150 dimana terdapat puncak dengan kristalinitas tinggi pada rentang peak  $\sim 26.7$ . Berdasarkan **Gambar 4.2**, dilihat dari pola dan posisi  $2\theta$ , keberadaan puncak tersebut mengindikasikan masih adanya grafit. Hal ini dikarenakan pada pembuatan komposit laminat TG 90 dan TG 150, *graphene* yang digunakan masih mempunyai *graphene* dengan peak grafit (**Gambar 4.3**). Sedangkan puncak *graphene* yang terdapat pada komposit laminat  $\text{TiO}_2$  *graphene* tidak terlihat. Hal ini dikarenakan karena *graphene* dan  $\text{TiO}_2$  mempunyai puncak dengan rentang posisi  $2\theta$  yang hampir sama. *Graphene* yang bersifat amorf mempunyai kristalinitas yang lebih rendah dengan  $\text{TiO}_2$  sebagaimana pada penelitian yang dilakukan Zhang, dkk (2010), sehingga puncak *graphene* mengalami overlap dengan puncak  $\text{TiO}_2$  anatase yang memiliki intensitas yang jauh lebih tinggi.

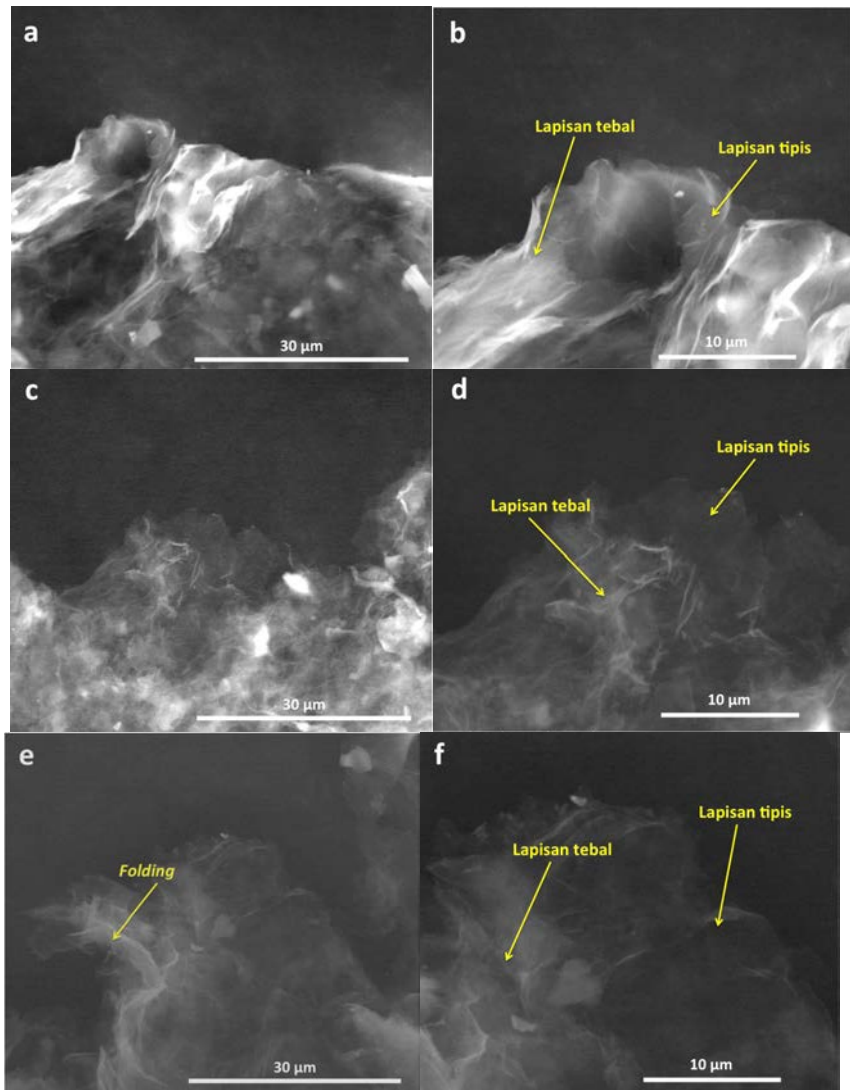
### 4.3 Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)

Berikut adalah hasil pengamatan morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). **Gambar 4.6** menunjukkan struktur morfologi dari grafit, grafit oksida, dan *graphene*.



**Gambar 4.6.** Morfolofi permukaan grafit (kiri) dan grafit oksida (kanan) berdasarkan SEM dengan perbesaran 5000x

**Gambar 4.6(kiri)** merupakan morfologi grafit yang berasal serbuk grafit. Grafit adalah lembaran *graphene* yang bertumpuk-tumpuk sehingga terlihat sangat padat dan memiliki morfologi yang berbentuk serpihan / *flakes* yang tersebar dan tidak beraturan. **Gambar 4.6(kanan)** merupakan morfologi grafit oksida yang sangat berbeda dengan grafit. Hal ini dikarenakan proses oksidasi dan drying yang membuat struktur grafit oksida berbentuk lembaran tipis.

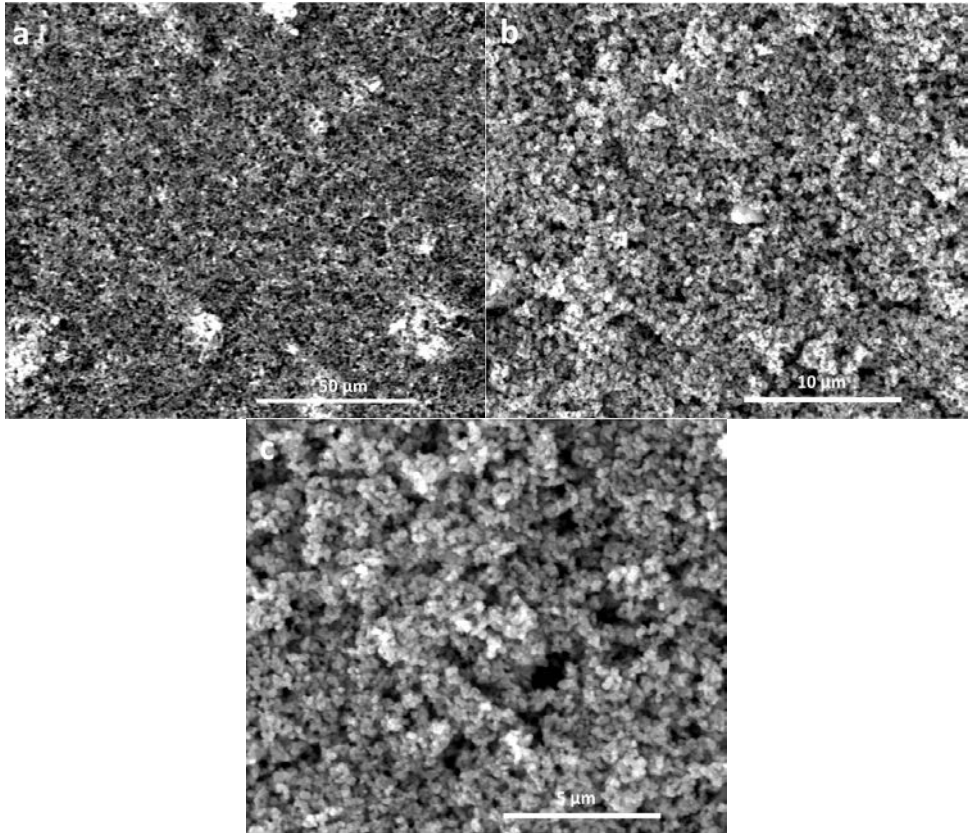


**Gambar 4.7** Morfologi permukaan *graphene* dengan variasi waktu ultrasonikasi (a-b) 90 menit, (c-d) 120 menit, dan (e-f) 150 menit berdasarkan SEM dengan perbesaran 5000x dan 10000x

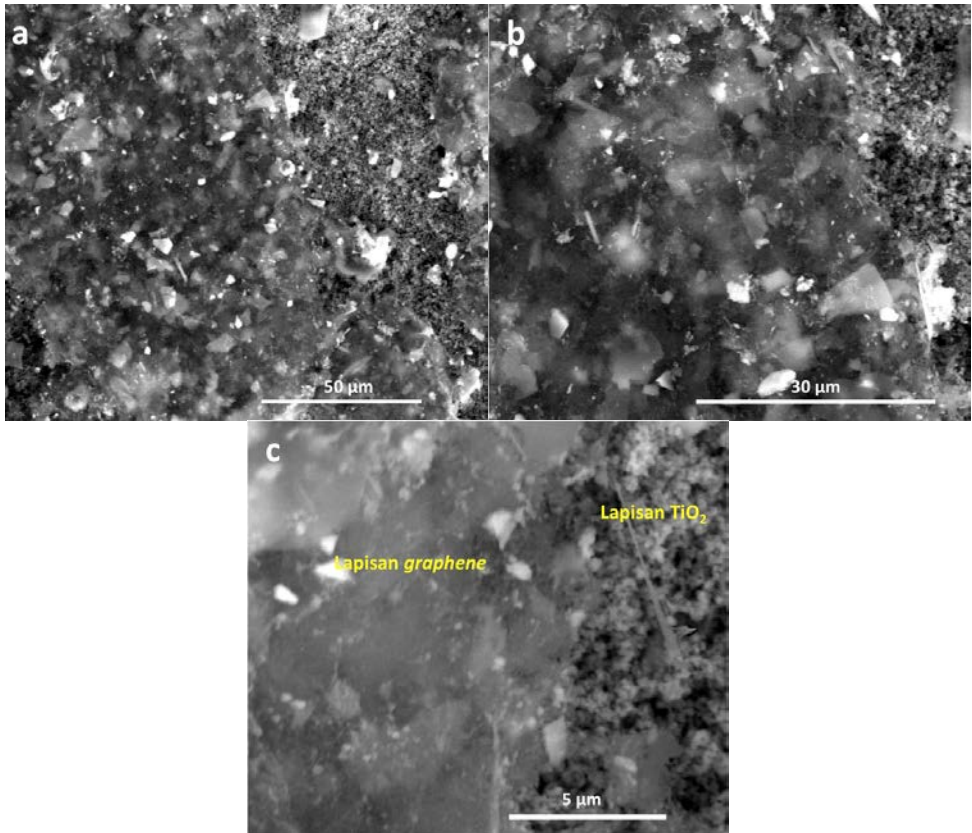
**Gambar 4.7** menunjukkan morfologi *graphene* dimana mempunyai struktur berupa lembaran yang jauh lebih tipis dari grafit oksida. Dengan perbesaran yang lebih tinggi (**Gambar 4.7b-d-f**), terlihat bahwa *graphene* berhasil disintesa dimana mempunyai lapisan karbon yang tipis. Hal ini dikarenakan proses reduksi yang menghilangkan gugus oksigen, proses ultrasonikasi, dan proses hidrotermal. Namun dikarenakan proses sintesa *graphene* menggunakan *hummer's method* masih kurang sempurna, maka ditemukan beberapa bagian yang masih membentuk lapisan karbon yang lebih tebal.

Pada **Gambar 4.7**, dapat terlihat bahwa lapisan *graphene* semakin tipis seiring dengan peningkatan waktu ultrasonikasi dari 90 sampai 150 menit. Hal ini dikarenakan pada proses ultrasonikasi, lapisan antar layer *graphene* terkelupas dengan menghancurkan ikatan *van der Waals* antar layer (Warner, dkk, 2013). Jadi semakin lama waktu ultrasonikasi, semakin banyak pula ikatan antar lapisan yang dihancurkan sehingga membuat struktur *graphene* lebih tipis.

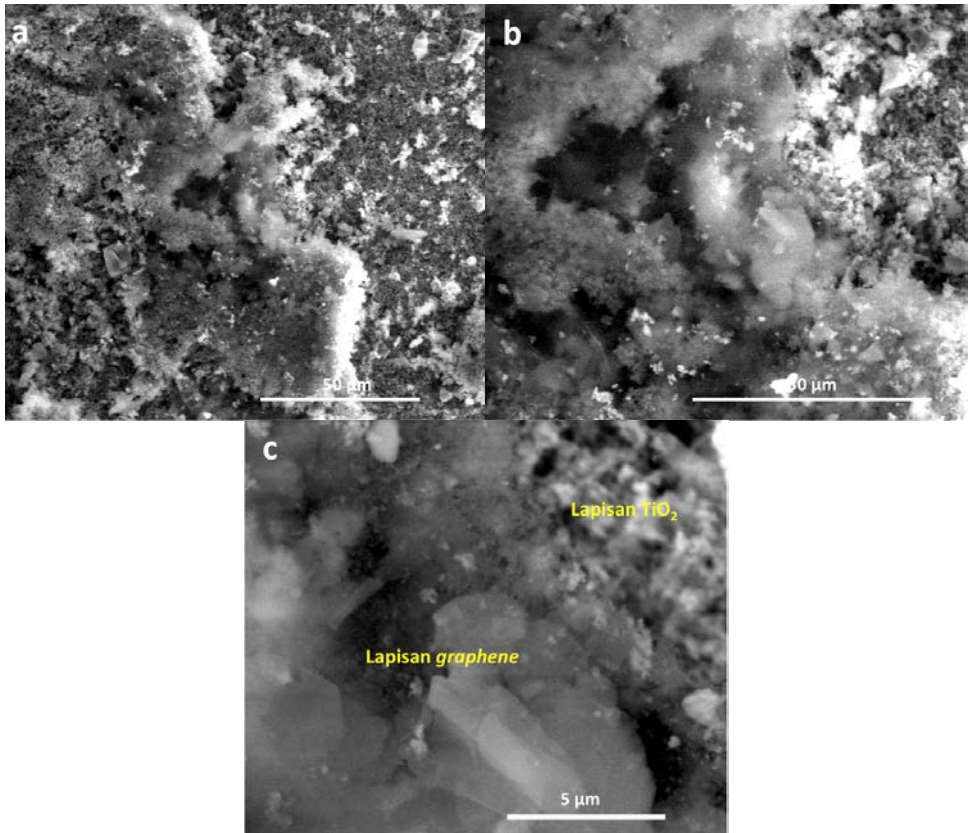
Berikut adalah hasil pengamatan morfologi permukaan dan penampang foto anoda komposit laminat  $\text{TiO}_2$  dan *graphene* pada berbagai variasi.



**Gambar 4.8** Morfologi permukaan dari  $\text{TiO}_2$  berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 10000x, dan **c.** 20000x

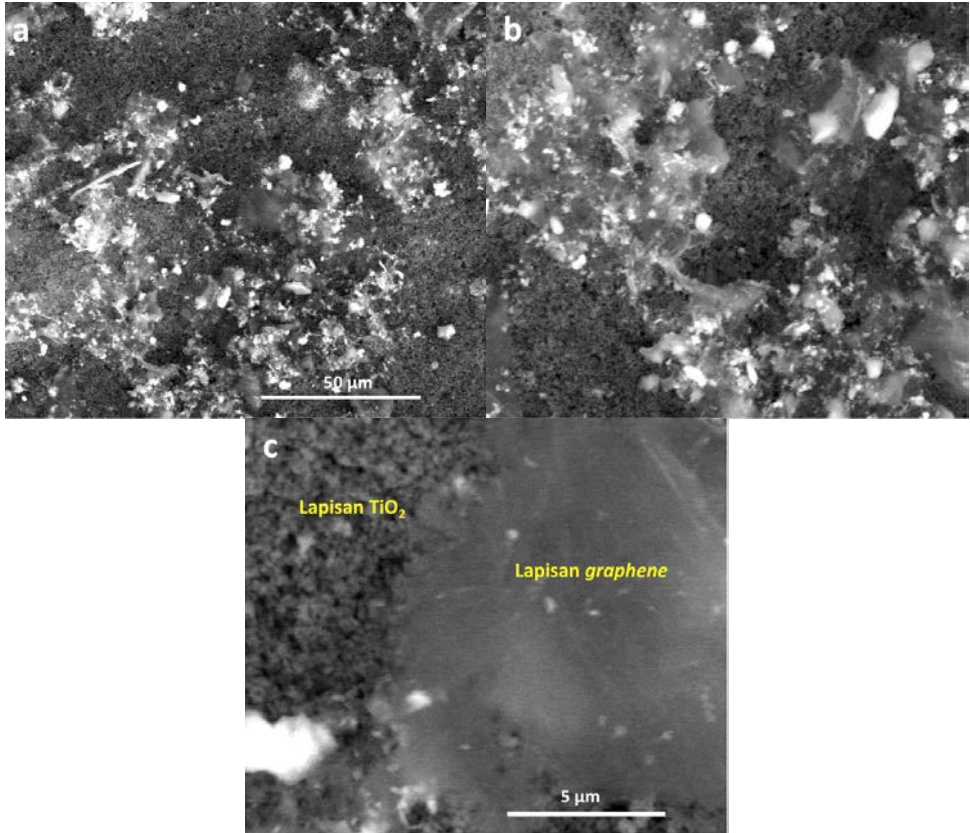


**Gambar 4.9** Morfologi permukaan dari TG 90 menit ultrasonikasi *graphene* berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 5000x dan **b.** 20000x

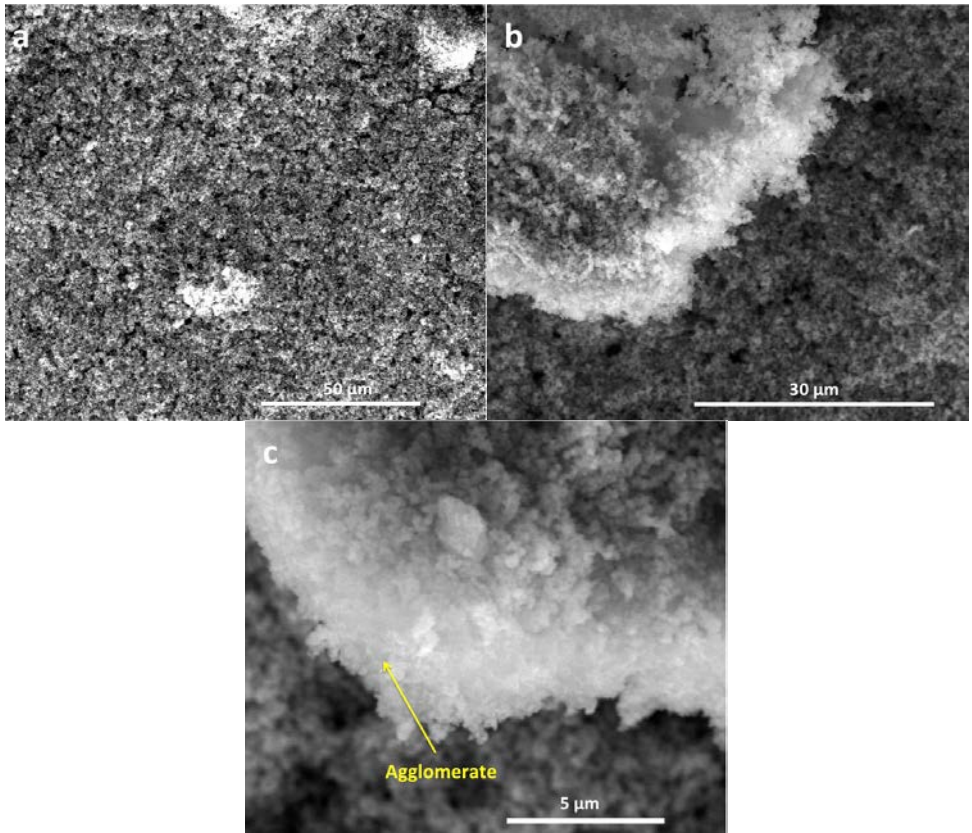


**Gambar 4.10** Morfologi permukaan dari TG 120 menit ultrasonikasi *graphene* berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 5000x dan **c.** 20000x

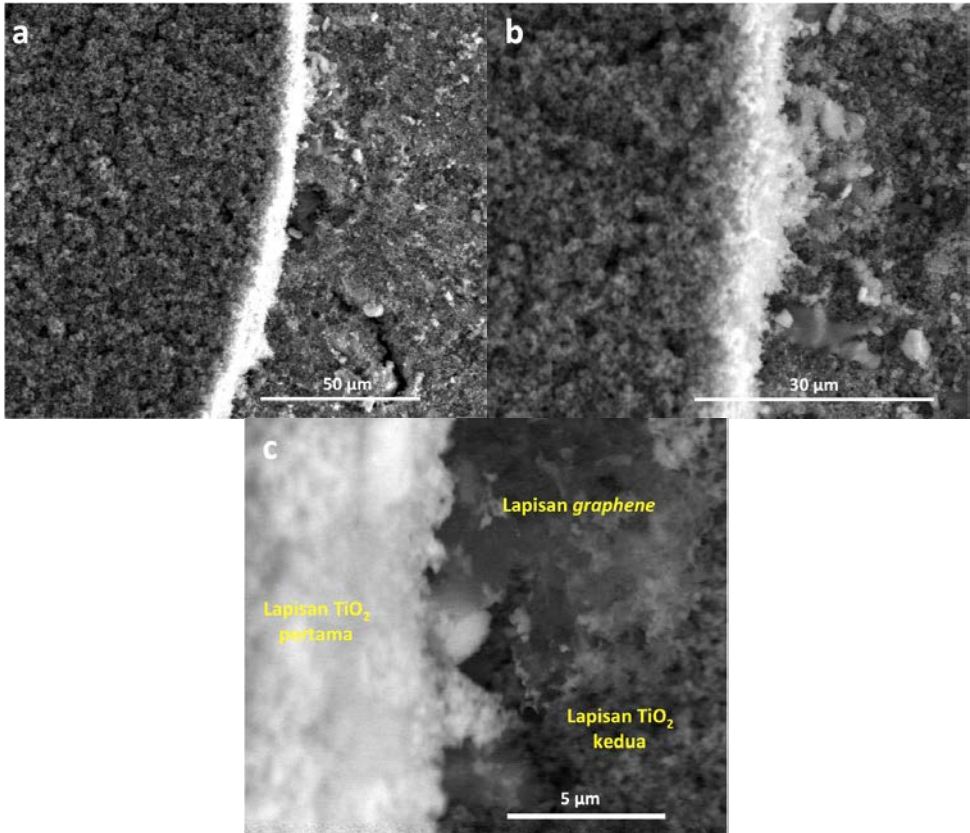




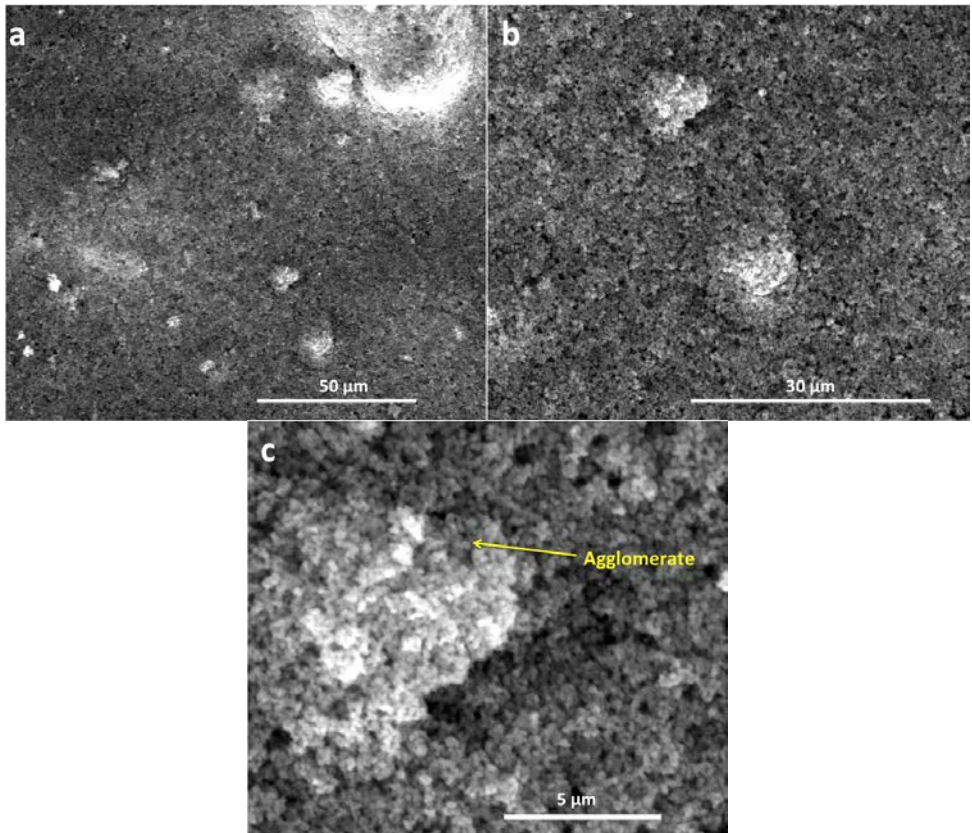
**Gambar 4.11** Morfologi permukaan dari TG 150 menit ultrasonikasi *graphene* berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 5000x dan **c.** 20000x



**Gambar 4.12** Morfologi permukaan dari TGT 90 menit ultrasonikasi *graphene* berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 5000x dan **b.** 20000x



**Gambar 4.13** Morfologi permukaan dari TGT 120 menit ultrasonikasi *graphene* berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 5000x dan **b.** 20000x



**Gambar 4.14** Morfologi permukaan dari TGT 150 menit ultrasonikasi *graphene* berdasarkan SEM dengan perbesaran **a.** 2000x, **b.** 5000x dan **c.** 20000x

Berdasarkan pengujian SEM, terlihat bahwa terdapat perbedaan struktur morfologi permukaan pada komposit laminat TG dan TGT. Pada perbesaran 20000x dapat dilihat bahwa lapisan  $\text{TiO}_2$  berbentuk sphere berukuran nano dan menggumpal sedangkan lapisan *graphene* berbentuk lembaran-lembaran. Pada permukaan dari TG (**Gambar 4.9**, **Gambar 4.10**, dan **Gambar 4.11**) terlihat bahwa lapisan *graphene* berada di atas lapisan  $\text{TiO}_2$ .

Namun pada perbesaran 2000x dan 5000x dapat dilihat bahwa *graphene* tidak terlapisi sempurna diatas  $\text{TiO}_2$ . Hal ini dikarenakan topografi permukaan  $\text{TiO}_2$  yang kurang merata dengan metode pelapisan *doctor-blade*, disamping dalam pembuatan pasta digunakan jumlah *graphene* yang terbatas dan pelarut aquades dimana mempunyai kelarutan yang relatif lebih rendah terhadap *graphene* dibandingkan dengan pelarut-pelarut lain sehingga *graphene* tidak tersebar secara sempurna pada proses pelapisan (Konios, dkk, 2014). Pada permukaan TGT terlihat persebaran lapisan  $\text{TiO}_2$  sudah merata dan menutup sempurna pada lapisan dibawahnya, Pada permukaan TGT 120, dapat dilihat lapisan  $\text{TiO}_2$  pertama, lapisan *graphene*, dan lapisan  $\text{TiO}_2$  kedua yang telah terlapisi secara laminat. Namun pada permukaan TGT 90 dan TGT 150 (**Gambar 4.12** dan **Gambar 4.14**) terdapat aglomerasi  $\text{TiO}_2$  dikarenakan oleh pelarutan  $\text{TiO}_2$  yang kurang sempurna sehingga membentuk gumpalan.

#### 4.4 Pengujian Solar Simulator

Pengukuran dilakukan untuk mengetahui unjuk kerja dari DSSC menggunakan lampu Xenon dengan intensitas daya masuk  $200 \text{ W/m}^2$ . Didapatkan kurva I-V yang akan dikonversi menjadi kurva *current density* (J) dan tegangan (V) dengan mengetahui nilai Voc dan Isc. Berikut adalah persamaan yang digunakan:

$$J = \frac{I}{A} \dots (4.1)$$

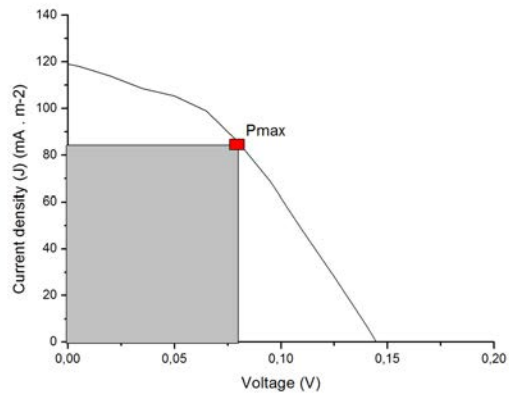
Dimana:

J = Kerapatan Arus (*Current Density*) ( $\text{A/m}^2$ )

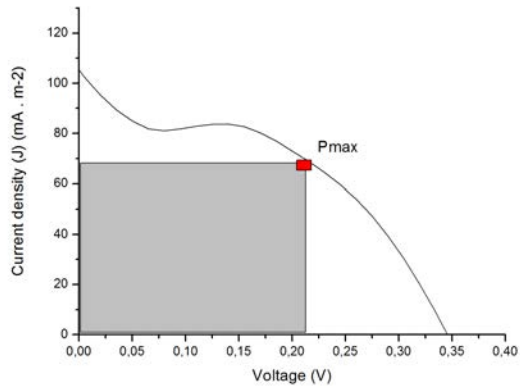
I = Arus (A)

A = Luas Area ( $\text{m}^2$ )

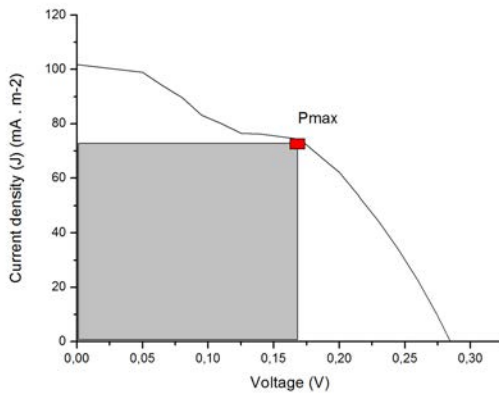
Pada Persamaan 4.1 diatas diketahui luas area (A) sebesar  $0.0001 \text{ m}^2$ . Kurva J-V untuk masing-masing variasi komposit laminat fotoanoda seperti **Gambar 4.15 – Gambar 4.22**.



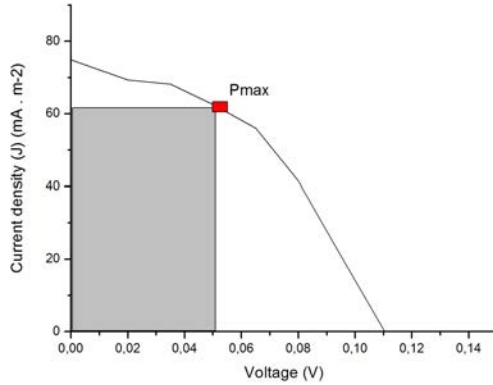
**Gambar 4.15** Kurva J-V pada  $\text{TiO}_2$



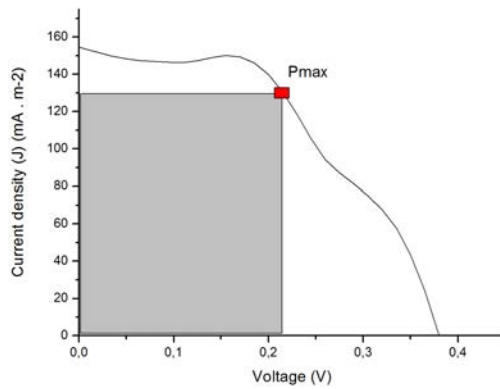
**Gambar 4.16** Kurva J-V pada komposit TG 90



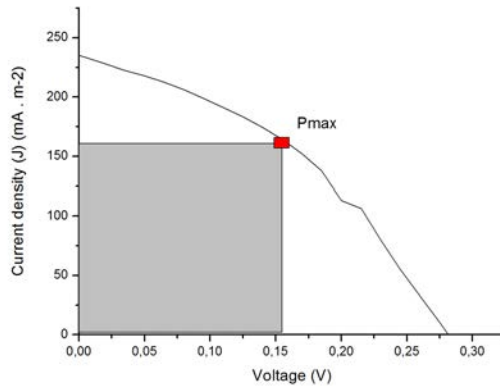
**Gambar 4.17** Kurva J-V pada komposit TG 120



**Gambar 4.18** Kurva J-V pada komposit TG 150

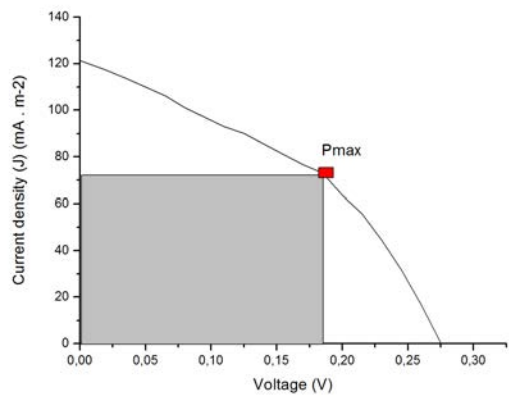


**Gambar 4.19** Kurva J-V pada komposit TGT 90

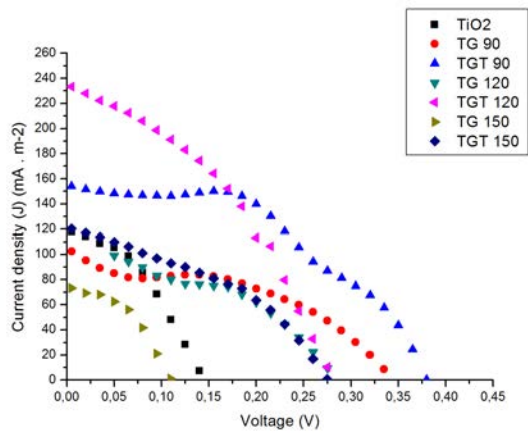


**Gambar 4.20** Kurva J-V pada komposit TGT 120





**Gambar 4.21** Kurva J-V pada komposit TGT 150



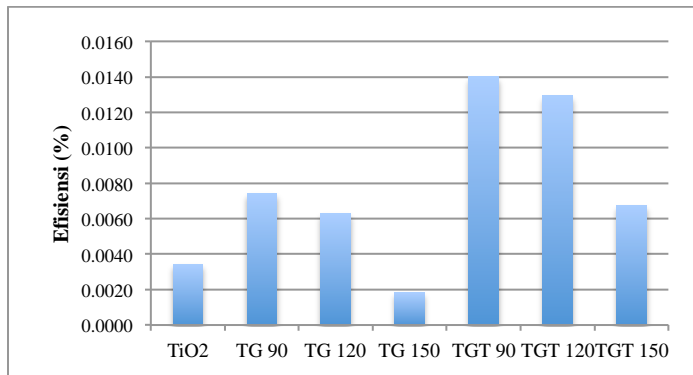
**Gambar 4.22** Perbandingan Kurva J-V pada variasi susunan lapisan komposit laminat

Adapun untuk menganalisa lebih lanjut unjuk kerja DSSC pengaruh variasi susunan lapisan komposit laminat dan waktu

ultrasonikasi pembuatan *graphene* dengan menghitung nilai  $P_{max}$ , efisiensi, dan FF melalui persamaan 2.1 – 2.3. Sehingga didapatkan perbandingan nilai  $P_{max}$ , efisiensi, dan FF pada masing-masing variasi yang ditunjukkan pada tabel berikut:

**Tabel 4.5** Perbandingan unjuk kerja DSSC dengan berbagai variasi susunan komposit laminat

Variasi	Voc (V)	Jsc (A/m <sup>2</sup> )	P <sub>max</sub> (W/m <sup>2</sup> )	Efisiensi	FF
TiO <sub>2</sub>	0.139	0.086	0.0069	0.0034%	0.42
TG 90	0.335	0.103	0.0148	0.0074%	0.43
TG 120	0.275	0.099	0.0126	0.0063%	0.46
TG 150	0.110	0.073	0.0036	0.0018%	0.45
TGT 90	0.380	0.154	0.0280	0.0140%	0.24
TGT 120	0.275	0.233	0.0259	0.0129%	0.40
TGT 150	0.275	0.120	0.0135	0.0068%	0.41



**Gambar 4.23** Diagram perbandingan efisiensi pada berbagai variasi susunan komposit laminat

Pada **Tabel 4.5** terlihat bahwa efisiensi komposit laminat TGT lebih baik daripada komposit laminat TG. Sementara efisiensi komposit laminat TGT dengan variasi waktu

ultrasonikasi 90, 120, dan 150 menit lebih baik daripada  $\text{TiO}_2$  murni. Begitu pula dengan komposit laminat TG dengan variasi waktu ultrasonikasi 90 dan 120 menit, namun dengan variasi waktu 150 menit mempunyai efisiensi yang lebih kecil daripada  $\text{TiO}_2$ . Dalam penelitian ini, lapisan *graphene* berfungsi untuk meningkatkan transfer elektron dan mengurangi rekombinasi hole – elektron sehingga elektron yang tereksitasi semakin banyak dan efisiensi DSSC semakin meningkat (Wu, dkk, 2012). Hal ini menjadikan efisiensi komposit laminat  $\text{TiO}_2$ -*graphene* cenderung lebih tinggi daripada  $\text{TiO}_2$ .

Berdasarkan pengaruh susunan laminat nya, komposit TGT mempunyai efisiensi yang lebih besar daripada komposit TG. Hal ini dikarenakan pada susunan laminat TGT, pengaruh 2 lapis  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan absorpsi dye. Penelitian yang dilakukan oleh Zhang, dkk (2014) menunjukkan adanya peningkatan absorbansi cahaya tampak dengan bertambahnya lapisan semikonduktor berdasarkan hasil *Uv-vis diffuse reflectance spectra*. Peningkatan absorbansi cahaya tampak membuat kenaikan pada kapabilitas *light-harvesting*. *Light-harvesting* adalah proses ketika foton berhasil ditangkap oleh dye yang tersensitasi pada lapisan semikonduktor sehingga dapat mengeksitasi elektron untuk yang membuat arus dapat mengalir pada rangkaian solar cell, seperti dijelaskan pada prinsip kerja DSSC (**Gambar 2.4**). Dengan adanya 2 lapis  $\text{TiO}_2$  menjadikan luas permukaan dye yang tersensitasi menjadi besar sehingga membuat foton yang tertangkap lebih banyak.

Berdasarkan pengaruh lama waktu ultrasonikasi pada pembuatan *graphene*, semakin lama waktu ultrasonikasi menurunkan efisiensi dari DSSC. Berdasarkan grafik perbandingan pola hasil XRD *graphene* dengan variasi waktu ultrasonikasi (**Gambar 4.3** dan **Tabel 4.4**) menyatakan intensitas bidang 002 *graphene* menurun seiring dengan lama waktu ultrasonikasi yang menyebabkan struktur *graphene* lebih amorfus sehingga mengindikasikan konduktivitas yang dimiliki oleh *graphene* menurun (Gray, dkk, 2009). Dengan menurunnya

konduktivitas yang dimiliki *graphene*, menyebabkan *graphene* lebih bersifat isolator membuat elektron sukar untuk melewati fotoanoda sehingga efisiensi DSSC semakin menurun. Hal ini menyebabkan pada komposit TG dengan ultrasonikasi pembuatan *graphene* 150 menit, efisiensinya lebih rendah dari  $\text{TiO}_2$ .

Berikut adalah perbandingan nilai efisiensi DSSC dengan penelitian sebelumnya:

**Tabel 4.6** Perbandingan efisiensi berbagai jenis DSSC

Peneliti	Tahun Penelitian	Material Fotoanoda	Dye	Efisiensi
Menghua, dkk	2014	komposit <i>graphene</i> - $\text{TiO}_2$	N719	4.2800%
Haiyan, dkk	2014	komposit laminat <i>graphene</i> - $\text{TiO}_2$	N719	6.4900%
Nugraha, dkk	2015	komposit laminat <i>graphene</i> - $\text{TiO}_2$	<i>Germanium sylvaticum</i>	0.0241%
Eriek, dkk	2015	ZnO	<i>Oryza sativa glutinosa</i>	0.0097%
Pragistio, dkk	2015	Komposit laminat <i>graphene</i> - $\text{TiO}_2$	<i>Oryza sativa glurinosa</i>	0.0140%

Efisiensi yang dihasilkan pada penelitian ini masih lebih kecil apabila dibandingkan dengan penelitian menggunakan dye organik seperti yang dilaporkan oleh Menghua, dkk (2014) dan Haiyan, dkk (2014), dikarenakan dye sintetis mempunyai kemampuan menangkap foton lebih baik. Namun dye ini mempunyai beberapakan kekurangan yaitu harganya relatif mahal dan memiliki kandungan logam berat yang berpotensi mencemari lingkungan (Norasikin, dkk. 2014).

Jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang telah dilakukan di Laboratorium Kimia Material, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS, nilai efisiensi yang didapat masih lebih kecil dari penelitian yang dilakukan oleh Nugraha, dkk (2015). Hal ini dikarenakan pada penelitian yang dilakukan oleh Nugraha, dkk (2015), dengan metode deposisi fotoanoda

menggunakan *dr. blade* menghasilkan aglomerat/ gumpalan pada pasta  $\text{TiO}_2$  sehingga mengakibatkan ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  sehingga luas permukaan partikel yang mengalami kontak dengan dye menurun (Pradana, dkk, 2015). Sementara efisiensi yang didapat lebih tinggi dari penelitian yang dilakukan oleh Eriek, dkk (2015), menunjukkan bahwa penggunaan komposit laminat  $\text{TiO}_2$ -*graphene* sebagai fotoanoda mempunyai unjuk kerja lebih baik dibandingkan  $\text{ZnO}$  dikarenakan komposit  $\text{TiO}_2$ -*graphene* mempunyai mobilitas elektron yang baik daripada  $\text{ZnO}$  sehingga elektron lebih mudah mengalir melalui komposit tersebut.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Prototype Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC) skala laboratorium berhasil difabrikasi menggunakan material semikonduktor  $\text{TiO}_2$  yang dikompositkan secara laminat dengan *graphene* dari berbagai variasi waktu ultrasonikasi. Didapatkan unjuk kerja DSSC yang tertinggi pada fotoanoda dengan variasi susunan laminat TGT dan waktu ultrasonikasi pembuatan *graphene* 90 menit. Efisiensi yang didapat sebesar 0.0140% dengan daya maksimal ( $P_{\text{max}} = 0.0280 \text{ W/m}^2$ ;  $J_{\text{sc}} = 0.233 \text{ A/m}^2$ ; dan fill factor (FF) = 0.24. Dapat diketahui bahwa susunan komposit laminat TGT merupakan susunan yang lebih optimal dibanding dengan TG sebagai fotoanoda untuk menghasilkan unjuk kerja DSSC yang maksimal. Selain itu terdapat *trend* penurunan nilai efisiensi DSSC seiring dengan lama waktu ultrasonikasi pada pembuatan *graphene* yang menjadikan waktu ultrasonikasi 90 menit yang paling optimal untuk menghasilkan unjuk kerja DSSC yang maksimal.

#### **5.2 Saran**

Agar didapatkan hasil yang lebih baik pada penelitian serupa di masa yang akan datang, saran yang diberikan oleh penulis antara lain:

1. Menggunakan pengujian BET untuk mengetahui luas permukaan aktif fotoanoda berbahan dasar komposit  $\text{TiO}_2$ -*graphene*.
2. Menggunakan pelarut yang mempunyai kelarutan lebih tinggi terhadap *graphene* pada saat pembuatan pasta *graphene*.

*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## DAFTAR PUSTAKA

- Bologna, S. 2006. **The Photovoltaics Effect**.
- Brian, Yuliarto. 2006. "Energi Surya : Alternatif Sumber Energi Masa Depan Indonesia". **Berita Iptek**.
- Chang, C-F., Truong, Q., Chen, J-R. 2013. "Graphene as Excellent Support for Rapid and Efficient Near Infrared-assisted Tryptic Proteolysis". **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, 104: 221-228.
- Cherepy, N. J., Smestad, G. P., Grätzel, M., Zhang, J. Z. 1997. "Ultrafast Electron Injection Implications for A Photoelectrochemical Cell Utilizing An Anthocyanin Dye-Sensitized TiO<sub>2</sub> Nanocrystalline Electrode". **Journals of Physical Chemistry B**, 101:9342-9351.
- Choi, W., Lee, J-W. 2012. **Graphene Synthesis and Application**. Boca Raton: CRC Press.
- Dreyer, D.R., Park, S., Bielawski, C. 2009. "The Chemistry of Graphene Oxide". **Chemical Society Reviews** 2010, 39:228-240
- Geng, Z., Zhang, G., Lin, Y., Yu, X., Ren, W. 2012. "A Green and Mild Approach of Synthesis of Highly-Conductive Graphene Film by Zn Reduction of Exfoliated Graphite Oxide". **Chinese Journal Of Chemical Physic** Vol 5 No 4.
- Goetzberger, A., Hoffmann, V. U. 2005. **Photovoltaic Solar Energy Generation**. Springer.
- Grätzel, M. 2003. "Review: Dye-Sensitized Solar cells". **Journals of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews**, 4:145-153.
- Gray, D., McCaughan, A., Mookerji, B. 2009. "Crystal Structure of Graphite, Graphene, and Silicon". **Physics for Solid State Applications**.
- Green, M. A. 2001. "Solar Cell Efficiency Tables (Version 18)". **Prog. Photovolt. Res. Appl.**, 9:287-93.



- Greenwood, N., Earnshaw, A. 1984. **Chemistry of the Elements**. Oxford: Pergamon Press.
- Handini, W. 2008. Performa Sel Surya Tersensitasi Zat Perwarna (DSSC) Berbasis ZnO dengan Variasi Tingkat Pengisian dan Besar Kristalit TiO<sub>2</sub>. **Skripsi S1. Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia**.
- Hao, S., Wu, J., Huang, Y., Lin, J. 2006. "Natural Dyes as Photosensitizers for Dye-Sensitized Solar Cell". **Journals of Solar Energy**, 80:209-214.
- Hubert, H., Brader, M., Mair, P., Gratzel, T. 2014. Biophotovoltaics: Natural pigments in dye-sensitized solar cell. **Journals of Applied Energy**, 115:216-225.
- Kay, A., Grätzel, M. 1996. "Low Cost Photovoltaic Modules Based on Dye Sensitized Nanocrystalline Titanium Dioxide and Carbon Powder". **Journals of Solar Energy Materials and Solar Cells**, 44:99-117.
- Khai, T. V., Kwak, D., Kwon, Y., Cho, H., Huan, T., Chung, H., Ham, H., Lee, C., Dan, N., Tung, N., Kim, H. 2013. "Direct Production of Highly Conductive Graphene with a Low Oxygen Content by a Microwave-assisted Solvothermal Method". **Journals of Chemical Engineering**, 232: 346-355.
- Konios, D., Stylianakis, M., Stratakis, E., Kymakis, E. 2014. "Dispersion Behaviour of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide". **Journal of Colloid and Interface Science**, 430: 108-112.
- Kopp, G., Lean, J. L. 2011. "A New, Lower Value of Total Solar Irradiance: Evidence and Climate Significance". **Geophysical Research Letters** 38.
- Light Absorption Creating Charge Carrier. 2002. **Sandia National Laboratories**.
- Maddu, A., Zuhri, M., Irmansyah. 2007. "Penggunaan Ekstrak Antosianin Kol Merah sebagai Fotosensitizer pada Sel Surya TiO<sub>2</sub> Nanokristal Tersensitasi Dye". **Makara, Teknologi**. (11), 2:8-84.

- Menghua, Z., Li, X., Liu, W., Cui, Y. 2014. "An investigation on the photoelectrochemical properties of dye-sensitized solar cells based on graphene/  $\text{TiO}_2$  composite photoanodes". **Journal of Power Sources**.
- Mennig, M. and Aegerter, M. A. 2004. **Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users**. New York: Springer Science+Business Media.
- Morozov, S., Novoselov, K., Katsnelson, M., Schedin, F. 2008. "Giant Intrinsic Carrier Mobilities in Graphene and Its Bilayer". **Phys. Rev. Let.**, 100, 016602.
- Nadeak, S., Susanti, D., 2012. Variasi Temperatur dan Waktu Tahan Kalsinasi Terhadap Unjuk Kerja Semikonduktor  $\text{TiO}_2$  Sebagai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) dengan Dye dari Ekstrak Buah Naga Merah. **Tugas Akhir S1, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya**.
- Nafi, M., Susanti, D., 2013. Aplikasi Semikonduktor ZnO dengan Variasi Temperatur dan Waktu Tahan Kalsinasi Sebagai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) dengan Dye dari Ekstrak Buah Terung Belanda (*Solanum betaceum*). **Tugas Akhir S1, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya**.
- Naylor, M., Kevin, C. F. 1995. **Electronic Textbook of Dermatology**. The Internet Dermatology Society.
- Neto, A., Guinea, F., Peres, N., Novoselov, K. 2009. "The Electronic Properties of Graphene". **Rev. Mod. Phys.**, 81:109-162.
- Novoselov, K. S. 2004. "Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films". **Science**, 306:666.
- Nugraha, W. T., Susanti, D., 2015. Analisis Pengaruh Susunan Komposit Laminat *Graphene-TiO<sub>2</sub>* sebagai Lapisan Semikonduktor terhadap Unjuk Kerja *Dye-Sensitized Solar Cell* (DSSC). **Tugas Akhir S1, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya**.

- Nurdiansah, H., Susanti, D. 2014. Pengaruh Temperatur Hidrotermal dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) dari Material Grafena. **Laporan Tesis. Magister Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.**
- Phattalung S., Smith, M. F., Kim, K., Du, M.-H., We, S.-H., Zhang, S. B., Limpijumnong, S. 2006. "First-principles of Study of Native Defects in Anatase  $\text{TiO}_2$ ". **Phys. Rev. B.**, 73: 125205.
- Pradana, I. C., Susanti, D., 2015. Analisa Pengaruh Komposisi *Graphene-TiO<sub>2</sub>* terhadap Unjuk Kerja *Dye-Sensitized Solar Cell* (DSSC). **Tugas Akhir S1, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.**
- Pradesar, Y., Susanti, D., 2014. Pengaruh Waktu Ultrasonikasi dan Waktu Tahan Proses Hydrothermal Terhadap Struktur dan Sifat Listrik Material Graphene. **Tugas Akhir S1, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.**
- Pratapa, S. 2004. **Prinsip-prinsip dan Implementasi Metode Rietveld untuk Analisis Data Difraksi.** Surabaya.
- Satapathi, S., Gill, H. S., Das, S., Li, L., Samuelson, L., Green, M. J., Kumar, J. 2014. "Performance Enhancement of Dye-sensitized Solar Cell by Incorporating Graphene Sheets of Various Sizes". **Applied Surface Science**, 314:638-641.
- Septina, W. 2007. Pembuatan Prototipe Solar Cell Murah dengan Bahan Organik-Inorganik (Dye Sensitized Solar Cell). **Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi, Institut Teknologi Bandung.**
- Shu, W., Liu, Y., Peng, Z., Chen, K., Zhang, C., Chen, W., 2013. "Synthesis and Photovoltaic Performance of Reduced Graphene Oxide-  $\text{TiO}_2$  Nanoparticles Composites by Solvothermal Method". **Alloys and Compounds**, 563:229-233.

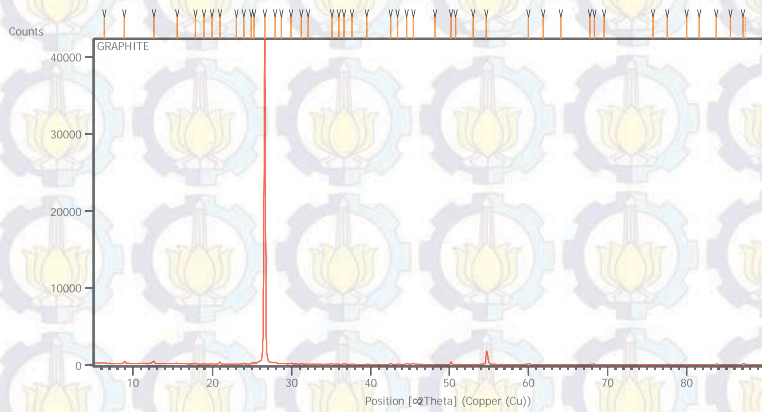
- Smestad, G.P., Grätzel, M. 1998. Demonstrating Electron Transfer and Nanotechnology: A Natural Dye-sensitized Nanocrystalline Energy Converter. **Chemical Education**.
- Tien, H., Luan, V., Lee, T., Kong, B-S., Chung, J., Kim, E., Hur, S. 2012. "Enhanced Solvothermal Reduction of Graphene Oxide in a Mixed Solution of Sulfuric Acid and Organic Solvent". **Chemical Engineering Journal**, 211-212:97-103.
- Warner, J. H., Schaffel, F., Rummeli, M., Bachmatiuk, A. 2013. **Graphene Fundamentals and Emergent Applications**. Oxford: Elsevier.
- Wu, Z.-S., Zhou, G., Yin, L. C., Ren, W., Li, F., Cheng, H. M. 2012. "Graphene / Metal Oxide Composite Electrode Materials for Energy Storage". **Nano Energy**, 1:107-131.
- Yuliarto, B., Septina, W., Fuadi, K., Fanani, F., Muliani, L., Nugraha. 2010. "Synthesis of Nanoporous TiO<sub>2</sub> and Its Potential Applicability for Dye-Sensitized Solar Cell Using Antocyanine Black Rice". **Advances in Materials Science and Engineering** Vol. 2010.
- Zhang, H., Wang, W., Wang, Chen, Y., Wang, Z. 2014. "Effect of TiO<sub>2</sub> Film Thickness on Photovoltaic Properties of Dye Sensitized Solar Cell and Its Enhanced Performance by Graphene Combination". **Materials Research Bulletin**, 49: 126-131.
- Zhang, Y., Tang, Z.-R., Fu, X., Xu, Y.-J. 2010. "TiO<sub>2</sub>-Graphene Nanocomposites for Gas-Phase Photocatalytic Degradation of Volatile Aromatic Pollutant: Is TiO<sub>2</sub>-Graphene Truly Different from Other TiO<sub>2</sub>-Carbon Composite Materials?" **ACS Nano**, 4: 7303-7314.



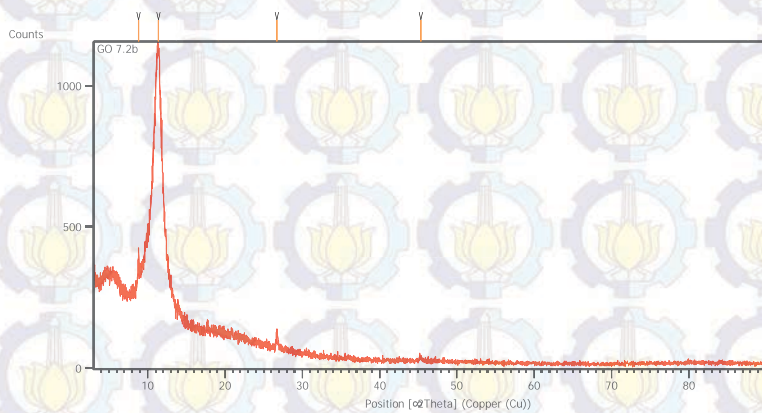
*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*

## LAMPIRAN

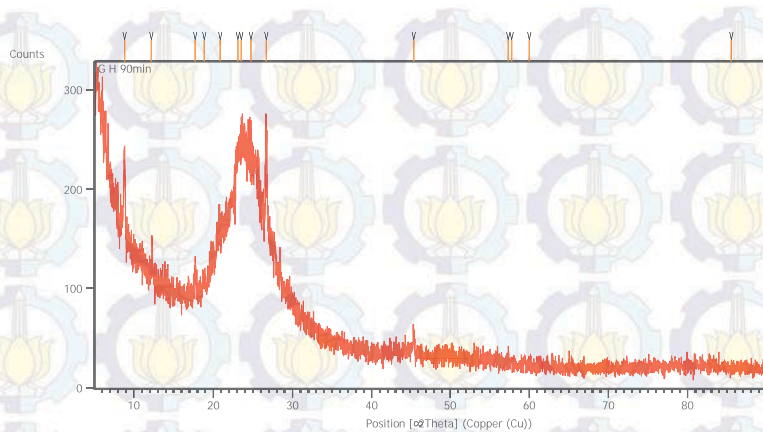
### Lampiran 1: Grafik dan Daftar Puncak XRD Grafit



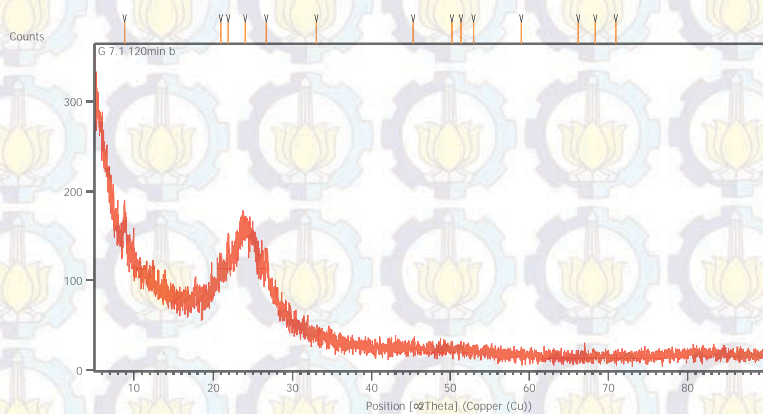
### Lampiran 2: Grafik dan Daftar Puncak XRD Grafit Oksida



### Lampiran 3: Grafik dan Daftar Puncak Graphene 90 menit

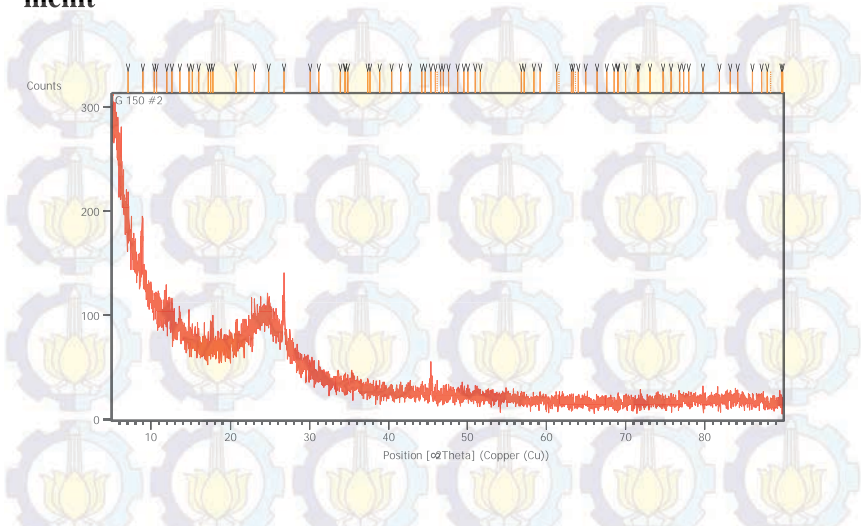


### Lampiran 4: Grafik dan Daftar Puncak XRD Graphene 120 menit

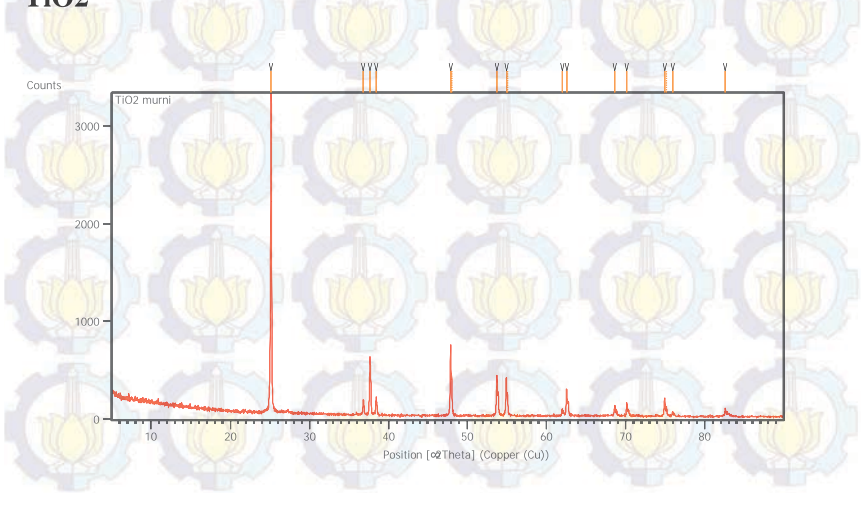




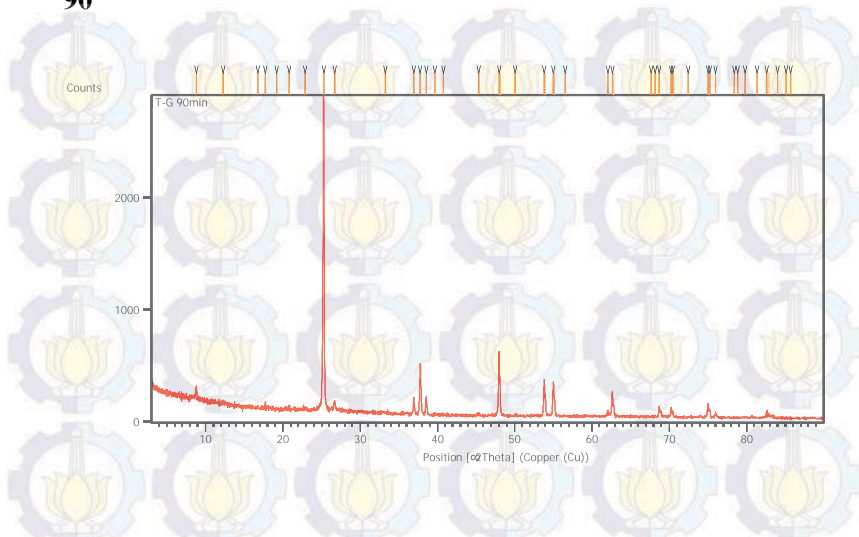
**Lampiran 5: Grafik dan Daftar Puncak XRD Graphene 150 menit**



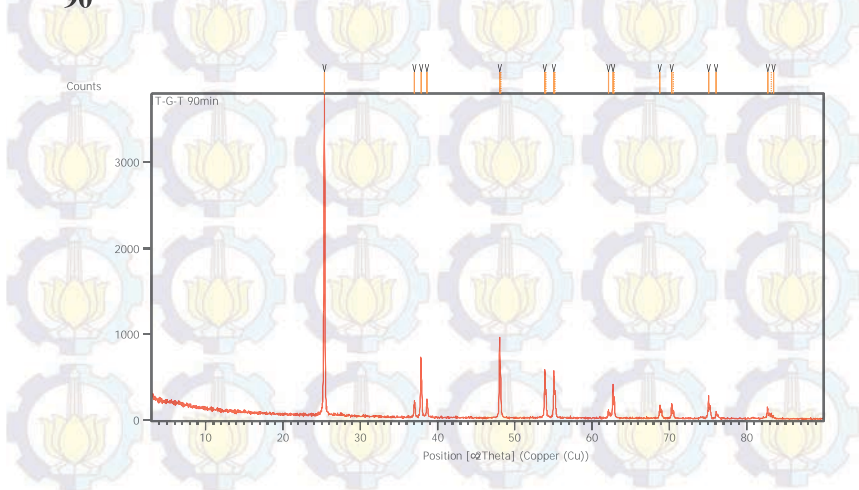
**Lampiran 6: Grafik dan Daftar Puncak XRD Fotoanoda TiO2**



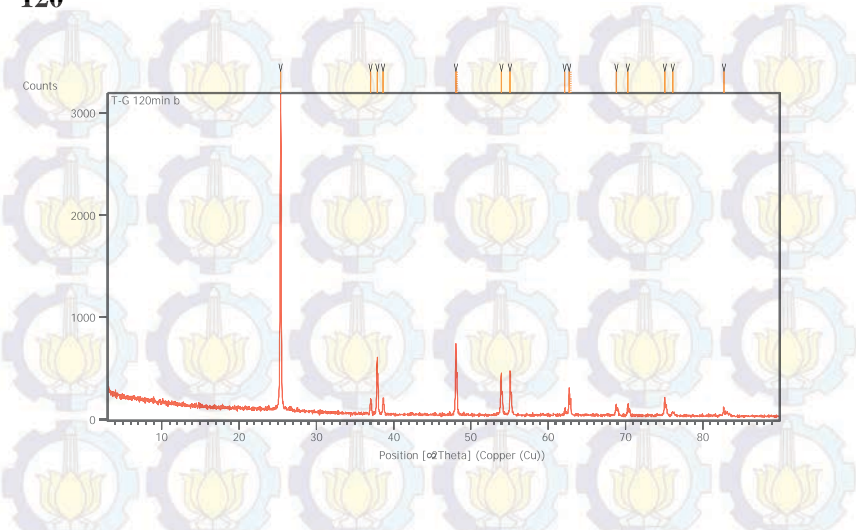
## Lampiran 7: Grafik dan Daftar Puncak XRD Komposit TG 90



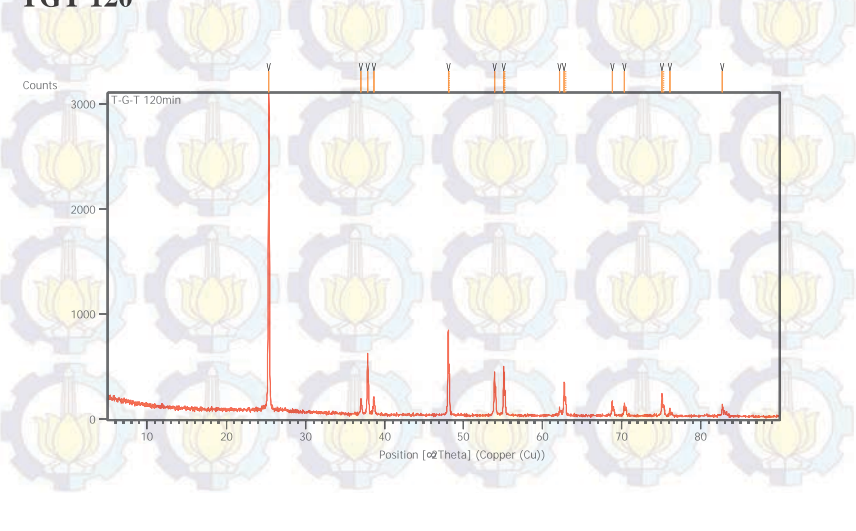
## Lampiran 8: Grafik dan Daftar Puncak XRD Komposit TGT 90



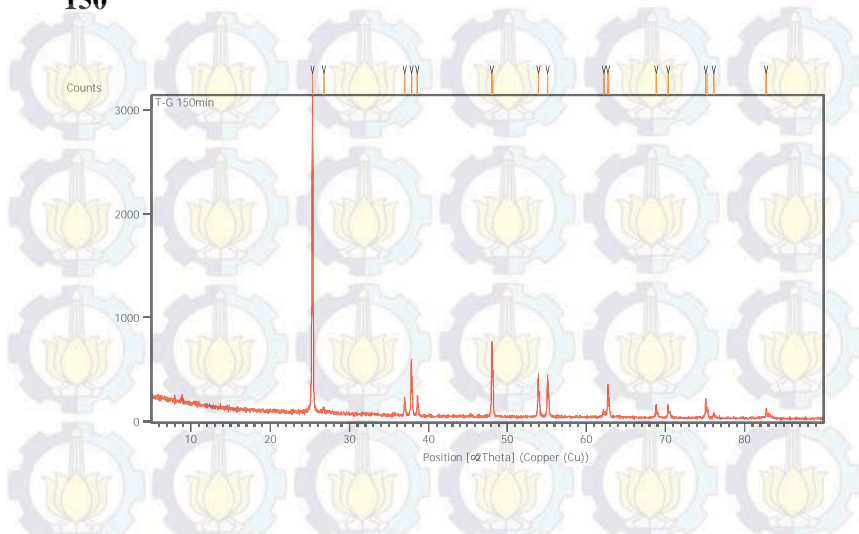
**Lampiran 9: Grafik dan Daftar Puncak XRD Komposit TG 120**



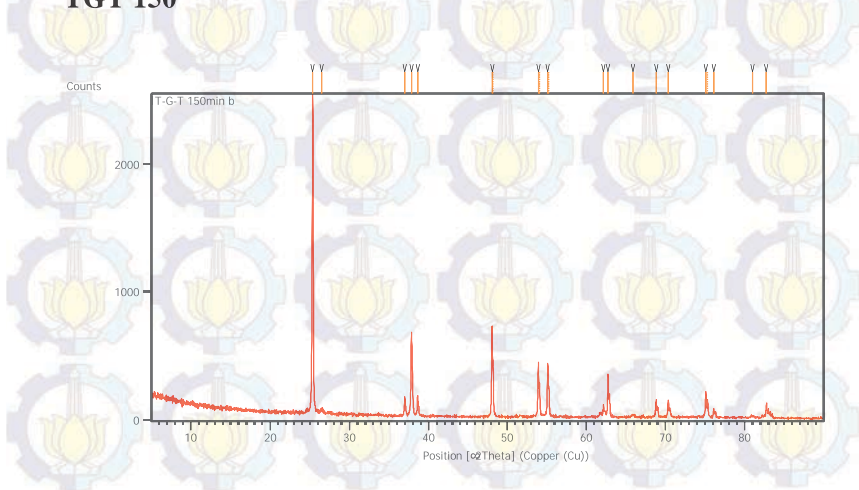
**Lampiran 10: Grafik dan Daftar Puncak XRD Komposit TGT 120**



## Lampiran 11: Grafik dan Daftar Puncak XRD Komposit TG 150

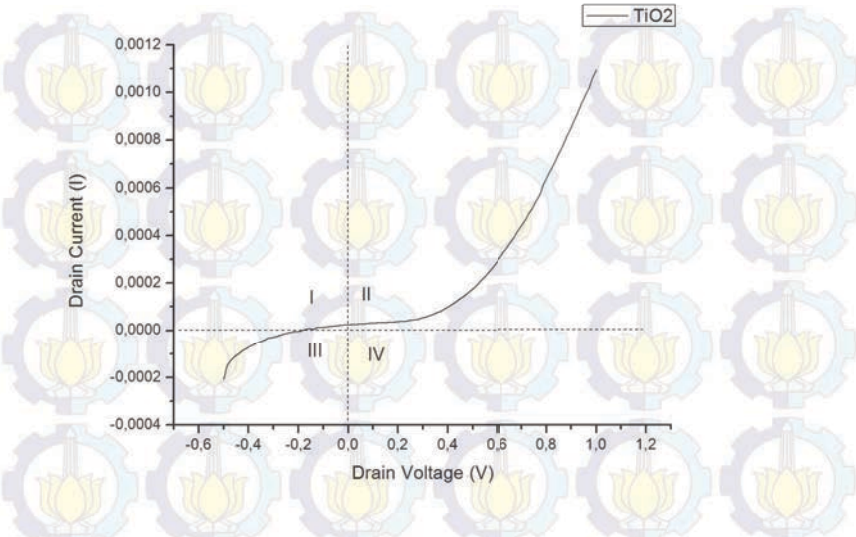


## Lampiran 12: Grafik dan Daftar Puncak XRD Komposit TGT 150

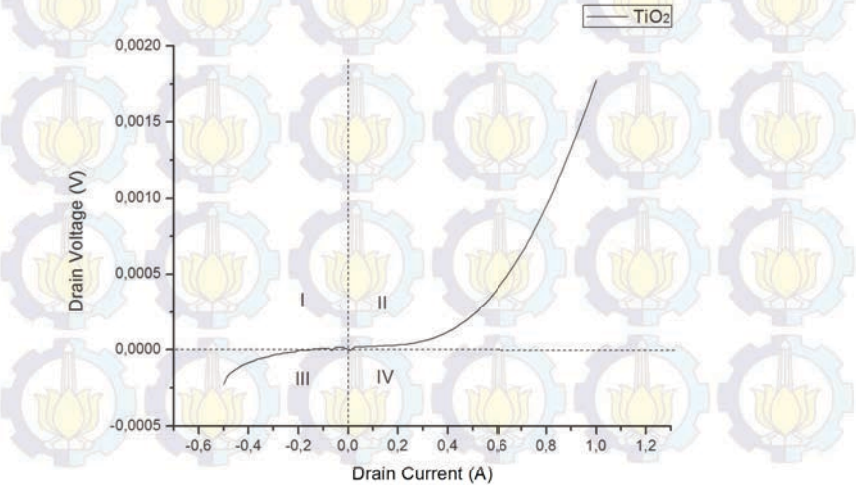




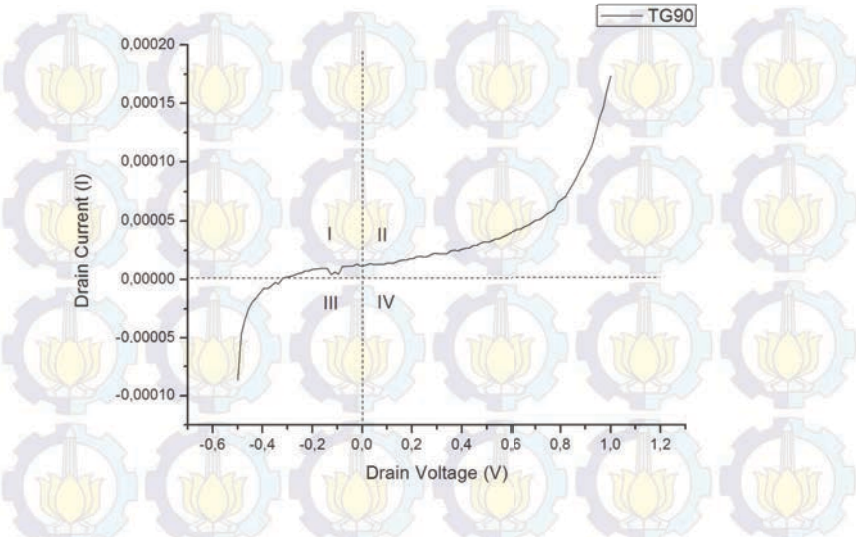
Lampiran 13: Tabel Karakteristik I-V Gelap TiO2



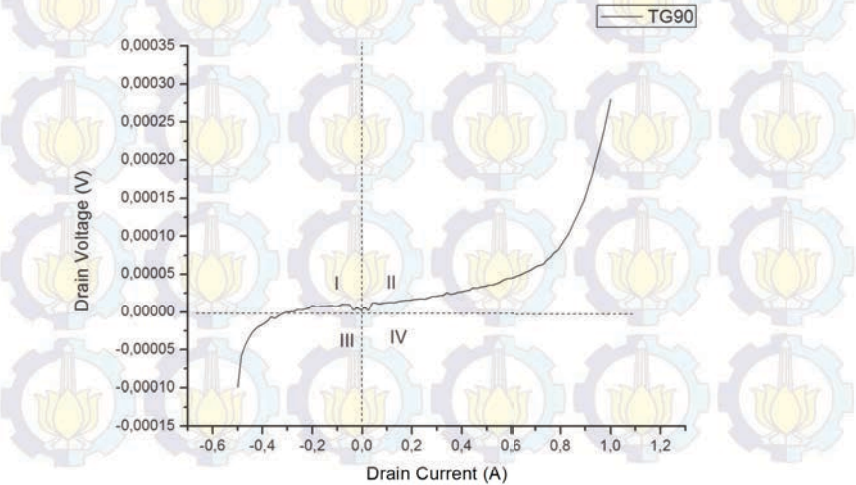
Lampiran 14: Tabel Karakteristik I-V Terang TiO2



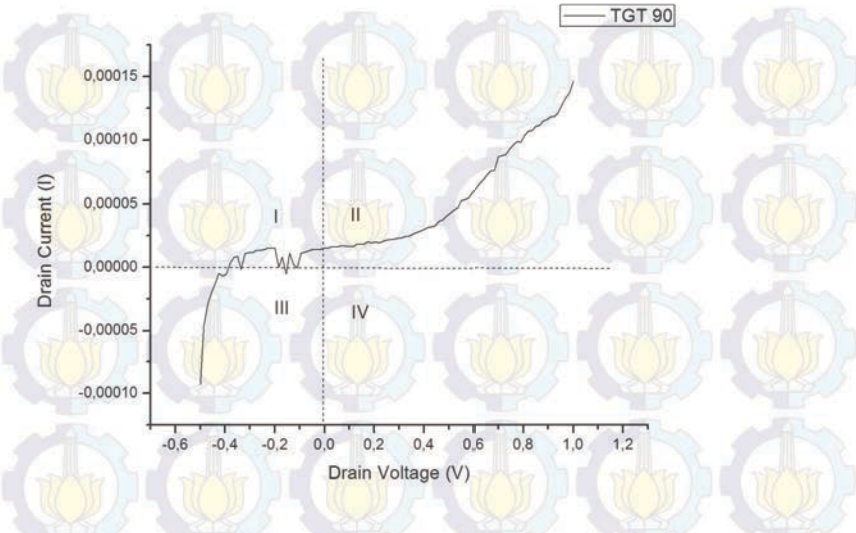
Lampiran 15: Tabel Karakteristik I-V Gelap TG 90



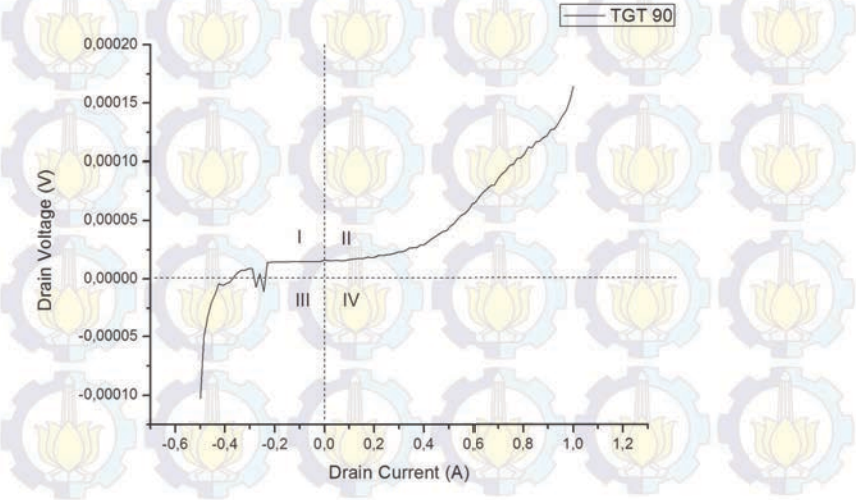
Lampiran 16: Tabel Karakteristik I-V Terang TG 90



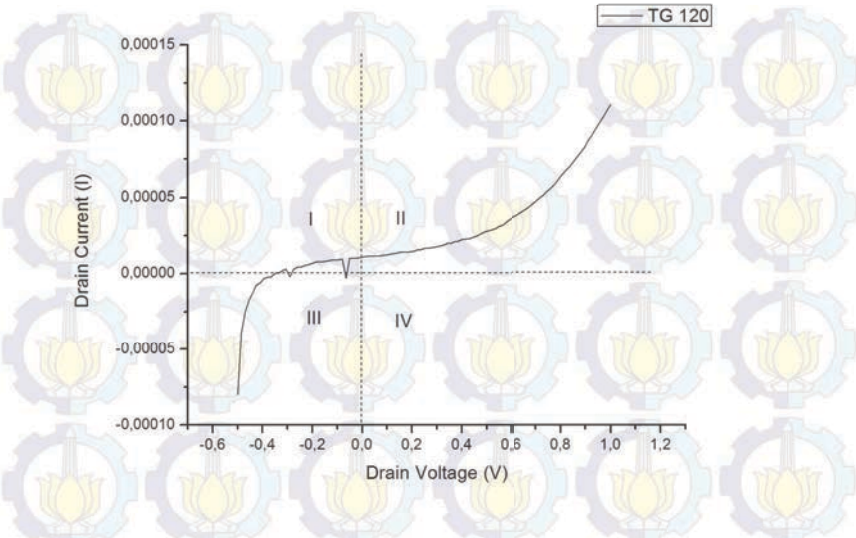
Lampiran 17: Tabel Karakteristik I-V Gelap TGT 90



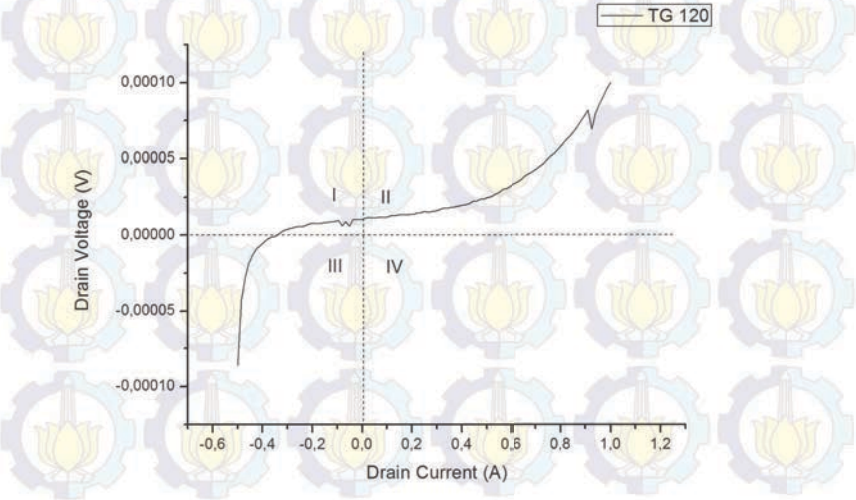
Lampiran 18: Tabel Karakteristik I-V Terang TGT 90



Lampiran 19: Tabel Karakteristik I-V Gelap TG 120

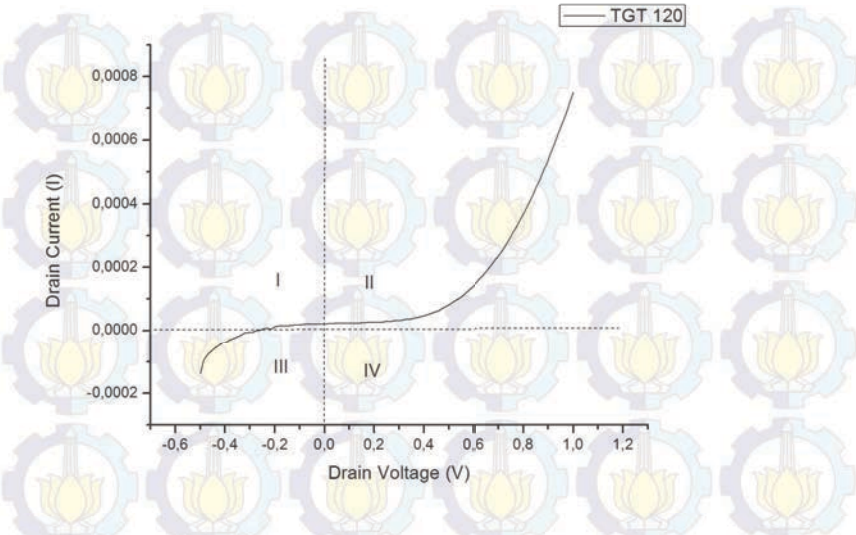


Lampiran 20: Tabel Karakteristik I-V Terang TG 120

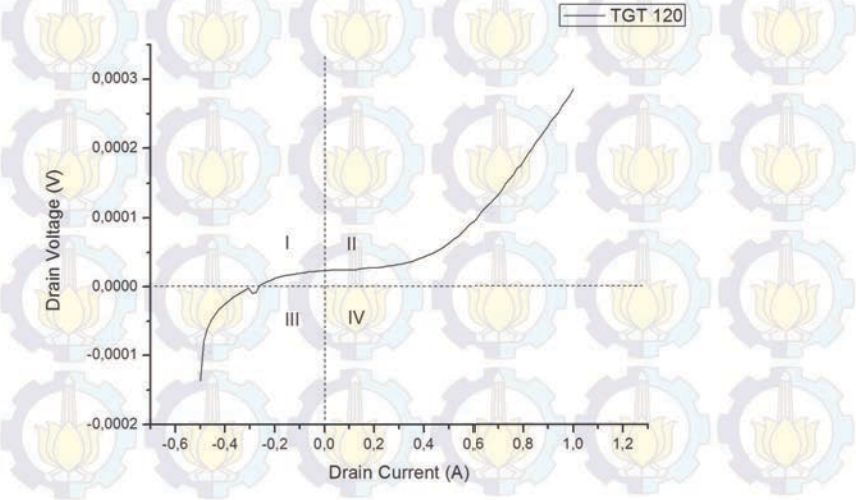




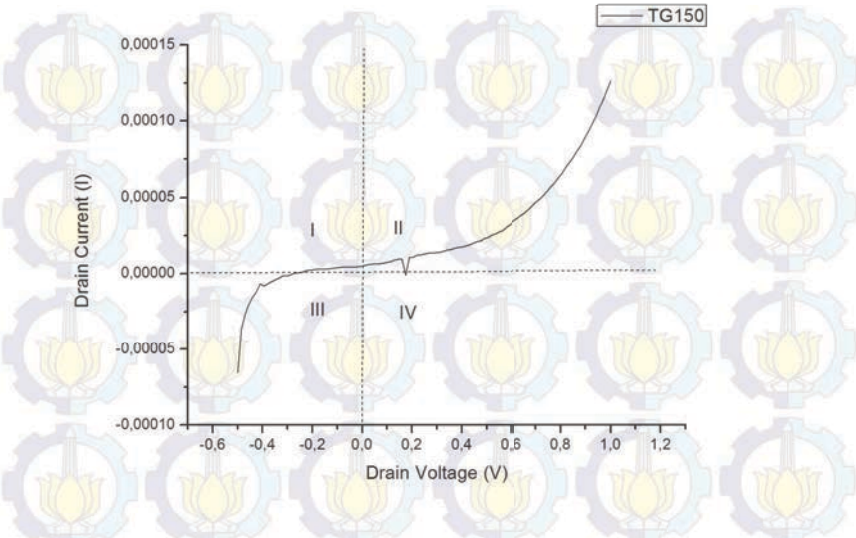
Lampiran 21: Tabel Karakteristik I-V Gelap TGT 120



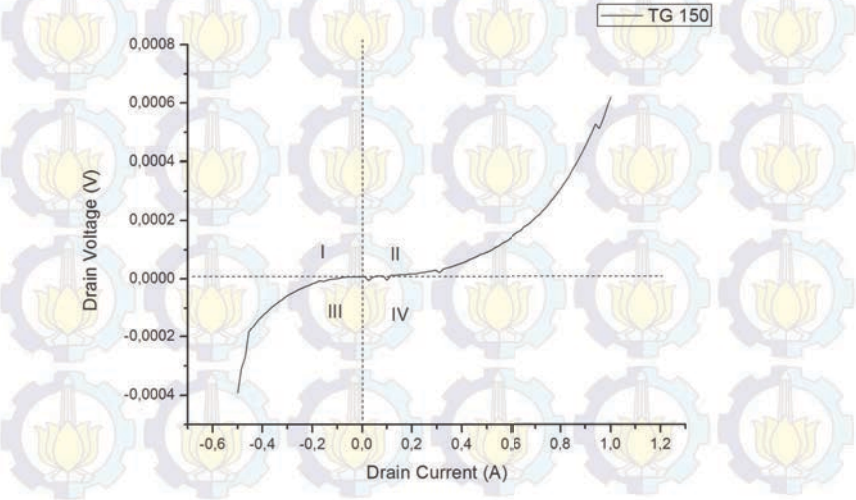
Lampiran 22: Tabel Karakteristik I-V Terang TGT 120



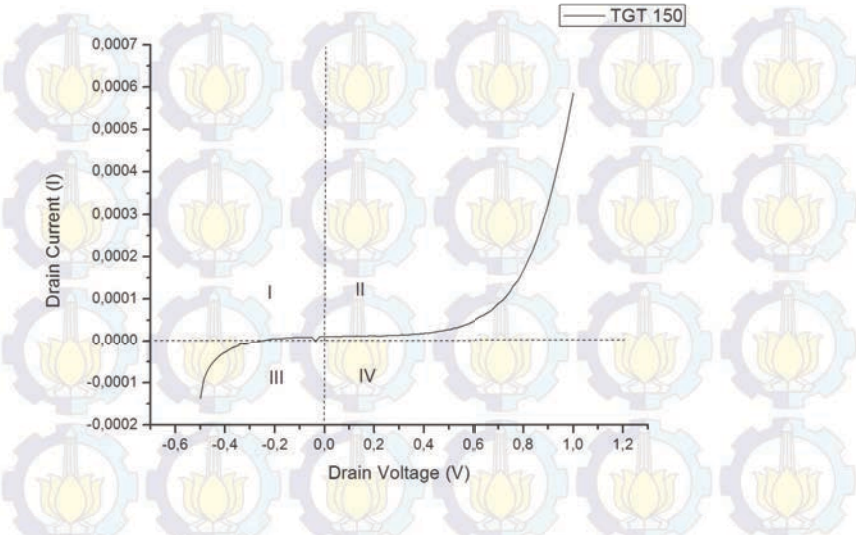
Lampiran 23: Tabel Karakteristik I-V Gelap TG 150



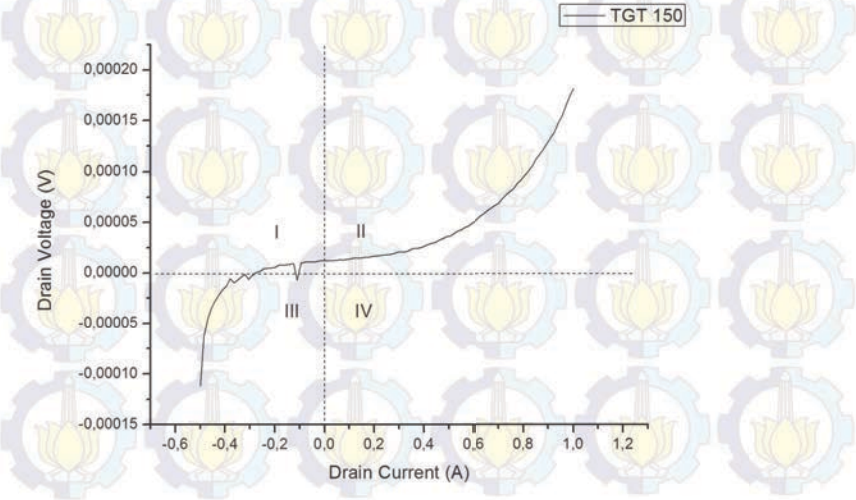
Lampiran 24: Tabel Karakteristik I-V Terang TG 150



Lampiran 25: Tabel Karakteristik I-V Gelap TGT 150



Lampiran 31: Tabel Karakteristik I-V Terang TGT 150



## BIODATA PENULIS



Penulis yang bernama lengkap Yunizar Natanael Pragistio lahir di kota Jakarta, tanggal 22 Juni 1993 merupakan putra pertama dari dua bersaudara Bapak Sugeng Setiyanto dan Ibu Iriana Prasetiowati. Penulis menempuh pendidikan formalnya di SDK BPK PENABUR Bintaro Jaya, SMPK BPK PENABUR Gading Serpong, dan SMA Binus School Serpong. Pada tahun 2011, setelah lulus dari SMA, penulis melanjutkan pendidikannya di Jurusan Teknik Material dan

Metalurgi FTI ITS.

Penulis mengakhiri studi S1-nya dengan mengerjakan Tugas Akhir pada bidang material inovatif. Penulis sempat aktif di beberapa organisasi seperti Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi (HMMT) dan AIESEC, selain itu juga aktif sebagai Asisten Laboratorium Kimia Analitik maupun Asisten Dosen mata kuliah Matematika Rekayasa.

Penulis dapat dihubungi melalui alamat e-mail dan nomor telepon: [yunizar.agis@yahoo.com](mailto:yunizar.agis@yahoo.com) dan +62 817 9824921





*~ halaman ini sengaja dikosongkan ~*